

POWERED BY Dialog

Microwave heating unit subjecting a high throughput of samples to heat and pressure - comprises microwave enclosure with penetrating, screened, readily-accessed vessel containing sample tubes in holders and equipped with magnetic stirrer, cooling finger and thermocouple

Patent Assignee: MWS MIKROWELLEN SYSTEME GMBH

Inventors: LAUTENSCHLAEGER W

Patent Family

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
DE 19700499	A1	19980625	DE 1000499	A	19970109	199832	B

Priority Applications (Number Kind Date): DE 1054170 A (19961223)

Patent Details

Patent	Kind	Language	Page	Main IPC	Filing Notes
DE 19700499	A1		10	B01L-007/00	

Abstract:

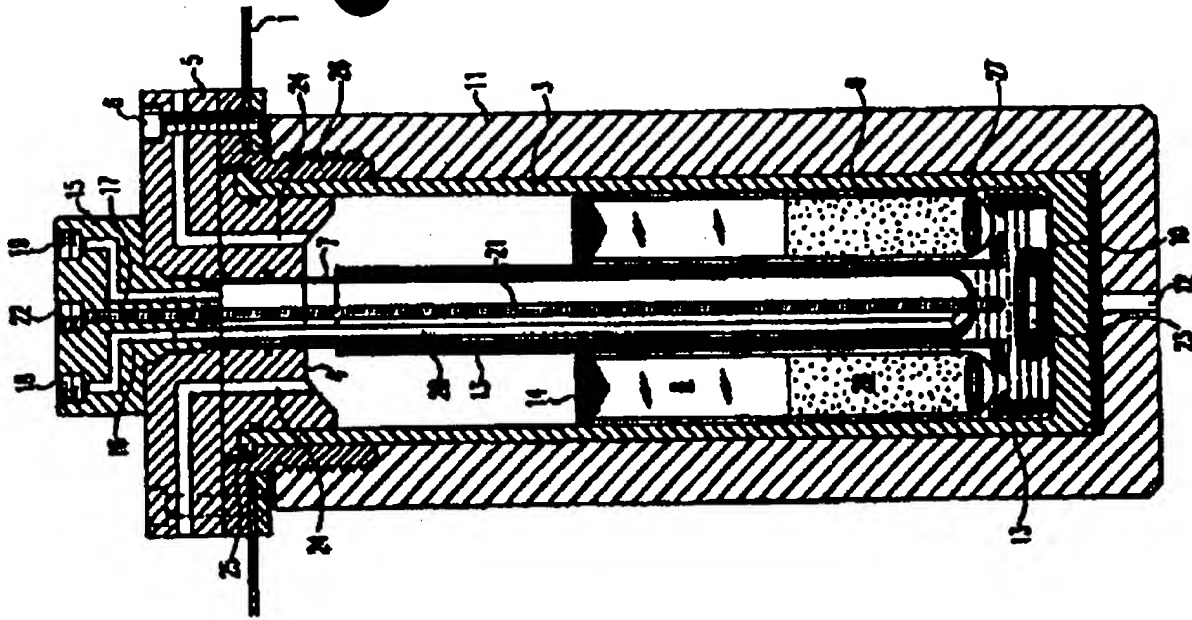
DE 19700499 A

A novel microwave unit subjects chemicals to heat and pressure. The casing (1) screens against microwaves, for which there is a source connecting with its interior. Sample tubes (8) retain the substance. The sample tubes can be closed, whilst leaving them open to pressurisation, contained in an outer vessel (3). This is closed pressure tight and is made of a material transmitting microwaves. Also claimed is a corresponding method of treating a chemical substance.

USE - To treat chemicals under pressure, heating them with microwaves.

ADVANTAGE - This apparatus is designed for a high throughput of samples in equipment of simple and economical construction. Several samples may be similarly treated at once, using identical conditions. Individual sample tubes of e.g. glass, do not have to be pressure resistant. The finger can be connected to flows of different media, which may include gas and high boiling liquids, for control at various temperatures.

Dwg.2/3



Derwent World Patents Index
© 2001 Derwent Information Ltd. All rights reserved.
Dialog® File Number 351 Accession Number 11946858



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

①2 **Offenl gungsschrift**
①0 **DE 197 00 499 A 1**

⑤1 Int. Cl.⁶:
B 01 L 7/00
G 01 N 1/02
G 01 N 22/00
B 01 F 13/08
H 05 B 6/80
H 05 B 6/76

②1 Aktenzeichen: 197 00 499.7
②2 Anmeldetag: 9. 1. 97
④3 Offenlegungstag: 25. 6. 98

DE 197 00 499 A 1

⑥8 Innere Priorität:
196 54 170. 0 23. 12. 96

⑦1 Anmelder:
Mikrowellen-Systeme MWS GmbH, Küblis, CH

⑦4 Vertreter:
Mitscherlich & Partner, Patent- und Rechtsanwälte,
80331 München

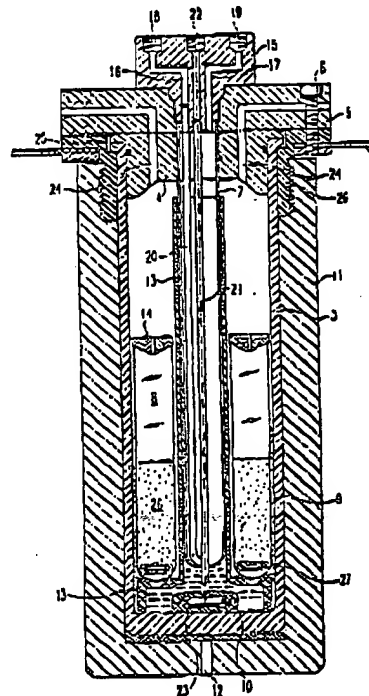
⑦2 Erfinder:
Lautenschläger, Werner, 88299 Leutkirch, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen.

⑤4 Vorrichtung und Verfahren zum Behandeln chemischer Substanzen durch Erhitzen

⑤7 Um einen hohen Probendurchsatz mit einfachen und kostengünstigen Mitteln zu erreichen, wird eine Vorrichtung zum Behandeln chemischer Substanzen durch Erhitzen unter Druck mit einem Mikrowellen-undurchlässigen Gehäuse (1), einer mit dem Innenraum (2) des Gehäuses (1) verbundenen Mikrowellenquelle (29), mindestens einem zur Aufnahme der chemischen Substanzen oder Proben (28) dienenden Probenbehälter (8), vorgeschlagen, bei dem der oder die Probenbehälter (8) druckdurchlässig verschließbar ist/sind, und bei dem der oder die Probenbehälter (8) in einem druckfest verschließbaren Aufnahmebehälter (3) aus Mikrowellen-durchlässigem Material angeordnet ist/sind.

Weiter wird ein Verfahren zum Behandeln chemischer Substanzen durch Erhitzen vorgeschlagen, bei dem ein Kühlfinger (7), der zur Kühlung der in den Probenbehältern (8) befindlichen Proben (28) mit den Probenbehältern (8) in thermischem Kontakt steht, vor der Erhitzung der Proben (28) entleert, d. h. ein in dem Kühlfinger (7) evtl. vorhandenes Kühlmittel (35) entfernt wird, um die Wärmekapazität der Anordnung zu verringern, und bei dem nach erfolgter Reaktion in den Probenbehältern (8) ein Kühlmittel (34, 35) in bzw. durch den Kühlfinger (7) geleitet wird, um die Proben (28) schnell abzukühlen.



DE 197 00 499 A 1

DE 197 00 499 A 1

1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Behandeln chemischer Substanzen durch Erhitzen unter Druck nach dem Oberbegriff von Patentanspruch 1 und ein Verfahren zum Behandeln chemischer Substanzen durch Erhitzen nach dem Oberbegriff von Patentanspruch 13.

Für den Ablauf, das Beschleunigen oder das Initiieren chemischer Reaktionen, Aufschlüsse, Extraktionen und dergleichen von Proben bzw. chemischen Substanzen werden häufig erhöhte Temperaturen benötigt. Zu diesem Zweck werden die Proben beispielsweise in mikrowellen-durchlässigen Probenbehältern in einem Mikrowellenofen mit mikrowellen-undurchlässigem Gehäuse angeordnet und durch Bestrahlung mit Mikrowellen erhitzt. Da bei den stattfindenden Reaktionen häufig hohe Drücke entstehen oder die Reaktionen nur unter hohen Drücken ablaufen, müssen die Probenbehälter druckfest und beispielsweise durch einen Deckel druckfest verschließbar sein. Im allgemeinen sind die Probenbehälter zusätzlich mit Überwachungsvorrichtungen wie Thermosensoren und/oder Drucksensoren ausgestattet, um den Ablauf der in den Behältern ablaufenden Reaktionen überwachen zu können.

Eine solche Vorrichtung ist beispielsweise aus der deutschen Patentanmeldung DE 40 18 955 des Anmelders bekannt. Darin wird u. a. ein Mikrowellenofen zum Erhitzen von Probenmaterial mit mehreren drucksicheren Probenbehältern vorgeschlagen, wobei die mehreren Probenbehälter auf einem drehbaren Tragelement mit entsprechenden Standplätzen für die Probenbehälter angeordnet sind. Auf diese Weise können mehrere Proben gleichzeitig behandelt und dadurch ein höherer Probendurchsatz erreicht werden, allerdings werden dazu mehrere drucksichere Probenbehälter benötigt, die je nach Ausführung sehr aufwendig und damit teuer sein können.

Nach erfolgter Reaktion oder auch während des Reaktionsablaufs zur Verhinderung einer möglichen Überhitzung der Probe müssen die Proben zumeist gekühlt werden. Kühlvorrichtungen zu diesem Zweck sind bereits aus der Praxis bekannt. Dabei kann man zwischen Kühlvorrichtungen innerhalb der Probenbehälter und außerhalb der Probenbehälter unterscheiden. Das heißt entweder taucht die Kühlvorrichtung direkt in die abzukühlende Probe ein oder steht in thermischen Kontakt mit der Außenseite der Probenbehälter.

Eine solche Vorrichtung mit einer in die Probe eintauchenden Wärmeaustauschvorrichtung ist beispielsweise in der internationalen Patentanmeldung PCT/AU94/00659 offenbart. Der dargestellte druckfeste Reaktionsbehälter dient zur Durchführung chemischer Reaktionen unter dem Einfluß von Mikrowellenstrahlung und weist einen druckfesten Deckel mit einer Überwachungsvorrichtung und einer Wärmeaustauschvorrichtung zum Eintauchen in den Behälterinhalt auf.

Weiter werden in der genannten internationalen Patentanmeldung verschiedene Verfahren zum Durchführen einer chemischen Reaktion mittels Zufuhr von Mikrowellenenergie vorgeschlagen. Je nach den Eigenschaften der zu behandelnden Behälterinhalte dient die Wärmeaustauschvorrichtung im Reaktionsbehälter dem Erwärmen und/oder dem Abkühlen der Behälterinhalte.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, eine Vorrichtung und ein Verfahren der eingangs genannten Art vorzusehen, die einen hohen Durchsatz von Probenmaterial mit einer einfachen und somit kostengünstigen Konstruktion bzw. einfachen Verfahrensschritten erlauben.

Diese Aufgabe wird gemäß einem ersten Aspekt der Erfindung durch eine Vorrichtung nach Patentanspruch 1 ge-

2

löst. Die erfindungsgemäße Vorrichtung weist einen großen druckfesten Aufnahmebehälter auf, in dem ein oder mehrere Probenbehälter von relativ einfacher, nicht notwendigerweise druckfester Konstruktion angeordnet werden können bzw. können. Durch die gleichzeitige Behandlung mehrerer Proben und durch die Anordnung der einfachen Probenbehälter in einem äußeren druckfesten Behälter können beispielsweise kostengünstige Reagenzgläser eingesetzt und gleichzeitig ein hoher Probendurchsatz erreicht werden. Der Verschluß des bzw. der Probenbehälter soll einerseits einen Druckausgleich zwischen den Innenräumen des Probenbehälters bzw. der Probenbehälter und dem Innenraum des Aufnahmebehälters zulassen, andererseits aber einen Übertritt von chemischen Substanzen in der Gasphase von einem Probenbehälter in den anderen weitgehend ausschließen.

Zweckmäßigerweise wird der Aufnahmebehälter von oben durch eine Öffnung in das Gehäuse des Mikrowellenofens eingeführt, wobei die Verschlußvorrichtung des Aufnahmebehälters zur Befestigung an der Gehäusedecke des Mikrowellenofens, zur Mikrowellenabdichtung der Öffnung im Gehäuse des Mikrowellenofens und zum druckfesten Verschließen des Aufnahmebehälters dient. Ferner sollte die Verschlußvorrichtung aus Metallflansch und druckfestem Deckelteil für die Entnahme der Probenbehälter leicht von dem Aufnahmebehälter zu lösen sein. Dies ist insbesondere im Hinblick auf eine Automatisierung dieses Vorganges vorteilhaft.

Ferner kann der Kühlfinger eine Zuleitung und eine Ableitung für ein Kühlmittel aufweisen, wobei die Kühlmittelzuleitung mit einer Umschaltvorrichtung ausgestattet ist, so daß durch den Kühlfinger auf einfache Weise verschiedene Kühlmittel, wie beispielsweise Gase oder hochsiedende Kühlfüssigkeiten, geleitet werden können.

Weiter wird gemäß einer Weiterbildung der erfindungsgemäßen Vorrichtung eine mittels Mikrowellenbestrahlung direkt oder indirekt zu erhitzende Flüssigkeit im Aufnahmebehälter und evtl. zusätzlich die Proben in den Probenbehältern mittels einem Rührelement gerührt. Durch die Rührung wird eine gleichmäßige Temperaturverteilung in der Flüssigkeit bzw. in den Proben erreicht. Das Rührelement enthält vorteilhafterweise einen stabförmigen Permanentmagneten, der durch eine drehbare Anordnung aus einem oder mehreren zweiten Magneten angetrieben wird.

Gemäß einer Weiterbildung der vorliegenden Erfindung liegt der metallische Kühlfinger der erfindungsgemäßen Vorrichtung auf dem gleichen elektrischen Potential wie das Gehäuse des Mikrowellenofens. Dadurch werden die einfallenden Mikrowellen an dem Kühlfinger reflektiert und passieren somit zweimal die Proben bzw. die Flüssigkeit, wodurch die Erhitzung durch Mikrowellenbestrahlung gefördert wird, d. h. es werden kürzere Aufwärmzeiten und/oder niedrigere Mikrowellenenergien benötigt.

Weiter werden gemäß einer Weiterbildung der vorliegenden Erfindung die Zuleitungsdrähte des Thermosensors, der eine von der Temperatur im Aufnahmebehälter abhängige Spannung erzeugt, durch ein metallisches Rohr im Innern des Kühlfingers nach oben aus dem Mikrowellenraum herausgeführt, wobei das Rohr auf dem gleichen elektrischen Potential liegt wie das Gehäuse des Mikrowellenofens und der Kühlfinger. Dadurch wird die Temperaturmessung weder durch einfallende Mikrowellenbestrahlung noch durch eine Erwärmung der Zuleitungsdrähte verfälscht, d. h. es ist eine exaktere Messung der Temperatur möglich.

Gemäß einem zweiten Aspekt der vorliegenden Erfindung wird die obige Aufgabe durch ein Verfahren nach Patentanspruch 13 gelöst. Durch das Entleeren des Kühlfingers vor dem Erhitzungsprozeß wird die Wärmekapazität der Anordnung im Aufnahmebehälter stark reduziert, was zu ei-

DE 197 00 499 A 1

3

4

ner schnelleren Erhitzung der Proben bzw. der Flüssigkeit und damit zu einem höheren Probendurchsatz führt. Außerdem werden durch diese Maßnahme Meßfehler an einem durch den Kühlfinger hindurchgeführten Thermosensor durch Verringerung des Wärmegradienten vermindert.

Zweckmäßigerweise wird der Kühlfinger vor und während des Heizvorganges mit einem Gas gespült und erst zum Abkühlen, beispielsweise nach dem Heizvorgang, zunächst mit einer höheren Gassromi vorgekühlt und danach mit einer hochsiedenden Kühlflüssigkeit abgekühlt, um die Proben schneller entnehmen zu können. Bei sehr hohen Temperaturunterschieden ist es vorteilhaft mit einem erhöhten Gasfluß vorzukühlen, um eine Druckbelastung im Inneren des Kühlfingers durch extreme Dampfbildung zu vermeiden bzw. zu reduzieren.

Ferner wird gemäß einer Weiterbildung des erfindungsgemäßen Verfahrens der Siedepunkt der Flüssigkeit und der Proben durch Druckbeaufschlagung erhöht. Der höhere Siedepunkt verhindert Verschleppungsfehler zwischen den einzelnen Proben und der Flüssigkeit über die Gasphase, so daß unverfälschte chemische Reaktionen und eine höhere Reinheit der chemischen Reaktionsprodukte in den Probenbehältern erreicht werden kann.

Weitere Ausgestaltungen und Weiterbildungen der Erfindung sind Gegenstand von Unteransprüchen.

Die vorliegende Erfindung wird im folgenden anhand eines bevorzugten Ausführungsbeispiels unter Zuhilfenahme der beiliegenden Zeichnungen näher beschrieben. Darin zeigen:

Fig. 1 eine erfindungsgemäße Vorrichtung in vereinfachter Darstellung im Schnitt;

Fig. 2 die in der Vorrichtung von Fig. 1 verwendeten erfindungsgemäße Anordnung aus Aufnahmebehälter, Flansch und Kühlfinger in vergrößerter Darstellung im Schnitt; und

Fig. 3 die erfindungsgemäße Anordnung von Fig. 2 in vereinfachter Darstellung zur Erläuterung des erfindungsgemäßen Verfahrens.

In Fig. 1 ist eine erfindungsgemäße Vorrichtung zum Behandeln chemischer Substanzen durch Erhitzen unter Druck dargestellt. Die Vorrichtung weist einen Mikrowellenofen mit einem mikrowellen-undurchlässigen Gehäuse 1 und eine mit dem Innenraum 2 des Gehäuses 1 verbundene Mikrowellenquelle 29, sowie eine Elektroniksteuerung 30 der Mikrowellenquelle 29 und der Versorgungs- und Meßeinrichtungen der Vorrichtung auf. Das Gehäuse 1 besteht vorzugsweise aus Metall.

In der Decke des Mikrowellenofens 1 ist eine Öffnung 31 vorgesehen, in die ein Aufnahmebehälter 3 aus mikrowellen-durchlässigem Material, vorzugsweise aus PTFE, in den Innenraum 2 des Mikrowellenofens 1 eingeführt ist. Der Aufnahmebehälter 3 ist durch ein Deckenteil 4 druckfest verschließbar und mit einem Metallflansch 5 verbunden. Der Flansch 5 wird mittels mehrerer Schrauben 6 mit dem metallischen Gehäuse 1 des Mikrowellenofens verschraubt.

Metallflansch 5 und Deckenteil 4 bilden dabei eine Einheit, so daß sie gemeinsam mit dem Aufnahmebehälter 3 verbunden bzw. gemeinsam vom Aufnahmebehälter 3 entfernt werden können. Die Verschlussvorrichtung aus Metallflansch 5 und Deckenteil 4 erfüllt dabei insbesondere drei Aufgaben: erstens dient der Flansch 5 der Befestigung des Aufnahmebehälters 3 an der Decke des Mikrowellengehäuses, zweitens schließt der Metallflansch 5 die Öffnung 31 in der Decke des Mikrowellengehäuses 1 mikrowellendicht ab, da er zusammen mit dem Gehäuse 1 des Mikrowellenofens einen Faraday'schen Käfig bildet, und drittens wird der Aufnahmebehälter 3 durch das Deckenteil 4 druckfest verschlossen.

An der Unterseite des Metallflansches 5 ist zentrisch ein ebenfalls metallischer Kühlfinger 7 angebracht, der nach unten in den Aufnahmebehälter 3 hineinragt. Mittels eines durch den Kühlfinger 7 strömenden Kühlmittels kann der Inhalt des Aufnahmebehälters 3 gekühlt werden.

Der Aufnahmebehälter 3 kann mehrere Probenbehälter 8 aufnehmen, die vorzugsweise aus mikrowellen-durchlässigem Material bestehen und nicht druckfest zu sein brauchen. Die Probenbehälter 8 stehen in einer Flüssigkeit 9, die durch Bestrahlung mit Mikrowellen direkt oder indirekt erhitzt wird. Die Flüssigkeit 9, beispielsweise Wasser, gibt die Wärme an die Probenbehälter 8 und die darin enthaltenen chemischen Substanzen 28 ab. Damit die Flüssigkeit 9 und damit auch die Proben 28 in den Probenbehältern 8 gleichmäßig erhitzt werden, befindet sich unten im Aufnahmebehälter 3 ein magnetisches Rührerelement 10, das, wie weiter unten näher beschrieben, von einem magnetischen Rührantrieb 12 angetrieben wird und die Flüssigkeit 9 zum Zwecke einer gleichmäßigen Temperaturverteilung in der Flüssigkeit 9 durchmischt.

Mit der obigen Anordnung können insbesondere chemische Substanzen 28, die keine Mikrowellenstrahlung absorbieren, behandelt werden, da sie indirekt über die Flüssigkeit 9 erwärmt werden. Selbstverständlich kann die erfindungsgemäße Vorrichtung aber auch für mikrowellen-absorbierende Substanzen 28 verwendet werden, welche direkt durch die Bestrahlung mit Mikrowellen und zugleich indirekt durch die erwärmte Flüssigkeit 9 erhitzt werden. Die Probenbehälter 8 müssen in diesem Fall notwendigerweise aus einem mikrowellen-durchlässigem Material sein.

Der Aufnahmebehälter 3 ist von einem Druckmantel 11 umgeben, welcher bei Reaktionen über etwa 30 bar unbedingt verwendet werden sollte. Der Druckmantel 11 besteht aus einem mikrowellen-durchlässigen Kunststoff, wie beispielsweise HTC.

Anstelle eines druckfesten Aufnahmebehälters 3 aus PTFE mit Druckmantel 11, welcher maximale Arbeitsdrücke etwa zwischen 50 und 100 bar zuläßt, kann auch ein Aufnahmebehälter 3 aus Glas verwendet werden. Der Glas-Aufnahmebehälter 3 erlaubt nur Arbeitsdrücke bis etwa maximal 2,5 bar, hat aber den Vorteil, daß die in den Probenbehältern 8 ablaufenden chemischen Reaktionen beobachtet werden können.

Anhand von Fig. 2 wird nun der Aufbau der erfindungsgemäßen Anordnung aus Aufnahmebehälter 3, Flansch 5 und Kühlfinger 7 näher erläutert.

In dem mikrowellen-durchlässigen Aufnahmebehälter 3 befindet sich ein Gestell 13 aus mikrowellen-durchlässigem Material. Dieses Gestell 13 hat mittig einen hohlzylindrischen Schaft, der nahezu bis an das Deckenteil 4 des Aufnahmebehälters 3 reicht. Das Gestell 13 dient zur Aufnahme von einem oder mehreren Probenbehältern 8 für chemische Substanzen oder Proben 28. Vorzugsweise finden bis zu acht Probenbehälter 8 in dem Gestell 13 Platz.

Die Probenbehälter 8 bestehen beispielsweise aus Glas, PTFE oder sonstigem mikrowellen-durchlässigem Material, das nicht druckfest zu sein braucht. Die Probenbehälter 8 werden oben jeweils mit einem Pfropfen 14 verschlossen. Die Pfropfen 14 sind druckdurchlässig, beispielsweise in Form eines zentralen Kanals im Pfropfen 14. Die Pfropfen 14 der Probenbehälter 8 sollen einerseits einen Druckausgleich zwischen den Innenräumen der Probenbehälter 8 und dem Innenraum des Aufnahmebehälters 3 zulassen, andererseits aber einen Übertritt von chemischen Substanzen 28 in der Gasphase von einem Probenbehälter 8 in den anderen weitgehend ausschließen.

In den Probenbehältern 8 befinden sich die in einer Flüssigkeit gelösten oder suspendierten Proben 28. Die Flüssig-

DE 197 00 499 A 1

5

6

keit kann beispielsweise Säure sein, mit der bestimmte Substanzen unter hoher Temperatur und unter hohem Druck aufgeschlossen werden sollen. Es kann allgemein gesagt werden, daß in den Probenbehältern 8 chemische Reaktionen unter erhöhtem Druck und erhöhter Temperatur ablaufen sollen, wobei der Druck und die Temperatur die chemischen Reaktionen beschleunigen oder erst möglich machen.

In den hohlzylindrischen Schall des Gestells 13 ragt von oben der Kühlfinger 7. Dieser besteht aus Metall, vorzugsweise Edelstahl, und ist innen hohl. Der Kühlfinger 7 weist an seinem oberen Ende eine Versorgungseinrichtung 15 auf und ist fest mit dem Metallflansch 5 verbunden. Die Versorgungseinrichtung 15 weist eine Zuleitung 17 und eine Ableitung 16 mit entsprechenden Ventilen 19 bzw. 18 für das Kühlmittel 34, 35 auf. Die Ableitung 16 ist mit einem Rohr 20 im Innern des Kühlfingers 7 verbunden, welches nahezu bis an den Boden des Kühlfingers 7 reicht und am unteren Ende offen ist, so daß das Kühlmittel 34, 35 am unteren Ende aus dem hohlen Kühlfinger 7 gepumpt werden kann. Zuleitung 17 und Ableitung 16 sind mit einem (nicht gezeigten) Kühlmittel-Pumpsystem verbunden, mit dem das Kühlmittel durch den Kühlfinger 7 gepumpt wird. Als Kühlmittel 34, 35 wird üblicherweise eine hochsiedende Kühlflüssigkeit 35 verwendet, es kann aber ebenso mit Gas 34 gekühlt werden.

Zentral durch den Kühlfinger 7 erstreckt sich ein Rohr 21 aus Metall, das am unteren Ende aus dem Kühlfinger 7 herausragt, wobei der Kühlfinger 7 so abgedichtet ist, daß weder die Flüssigkeit 9 in den Kühlfinger 7 eindringen noch das Kühlmittel 34, 35 aus dem Kühlfinger 7 herausströmen kann. Am Ende des geschlossenen Rohrs 21 befindet sich im inneren des Rohres ein (in Fig. 3 gezeigter) Thermofühler 32, beispielsweise ein Thermoelement, welcher eine von der an dieser Stelle vorherrschenden Temperatur abhängige Spannung erzeugt, die durch eine sich durch das Metallrohr 21 erstreckende Zuleitung nach oben weitergeleitet wird. Das Metallrohr 21 mündet am oberen Ende in die Versorgungseinrichtung 15, wo an einem Anschluß 22 die durch den Thermofühler 32 erzeugte Spannung abgegriffen werden kann, um die Spannung mit geeigneten Geräten in die entsprechende Temperatur umzurechnen bzw. einer Steuerung der Mikrowellenquelle zuzuführen.

Das in dem Aufnahmebehälter 3 angeordnete Gestell 13 läßt im unteren Bereich des Aufnahmebehälters 3 mittig einen Freiraum. In diesem Freiraum befindet sich ein frei um die vertikale Achse des Aufnahmebehälters 3 drehbares Rührerelement 10. Das Rührerelement 10 enthält einen Permanentmagneten 23 in Form eines Stabmagneten.

Dieser Stabmagnet 23 befindet sich in dem Magnetfeld einer Anordnung 12 aus einem oder mehreren zweiten Magneten, welche außerhalb des Aufnahmebehälters 3, vorzugsweise unterhalb des Bodens des Mikrowellengehäuses 1 angeordnet ist. Der Boden des Mikrowellengehäuses 1 besteht daher aus einem mikrowellen-undurchlässigen aber für Magnetkräfte durchlässigen, also nicht ferromagnetischen Metall, wie beispielsweise Kupfer, Aluminium oder Edelstahl, so daß das Magnetfeld hindurchtreten kann.

Bei den zweiten Magneten handelt es sich ebenfalls um Permanentmagnete in Form von Stabmagneten, welche kreisförmig um die nach unten verlängerte vertikale Mittelachse des Aufnahmebehälters 3 angeordnet sind. Die Permanentmagneten sind dabei senkrecht ausgerichtet mit einer abwechselnden Orientierung der Polung. Eine Drehung der Anordnung 12 der zweiten Magneten um die vertikale Mittelachse des Aufnahmebehälters 3 erzeugt eine Drehbewegung des Stabmagneten 23 im Aufnahmebehälter 3, da dessen Nord- und Südpol von den Nord- und Südpolen der zweiten Magnete abwechselnd angezogen und abgestoßen

werden.

Für ein funktionsfähiges Rührerelement 10 eignen sich viele Ausgestaltungsformen. Wesentlich ist, daß das Rührerelement 10 bei seiner Drehung um die vertikale Mittelachse des Aufnahmebehälters 3 zum einen die Flüssigkeit 9 zu rühren vermag und zum anderen im Aufnahmebehälter 3 eine Führung findet. Diese Führung wird durch das speziell ausgebildete Gestell 13 gebildet. Grundsätzlich eignet sich als Rührerelement 10 ein üblicher Stabmagnet, der so lang bemessen ist, daß er beim Drehen im Unterteil des Gestells 13 nicht klemmt.

Eine bezüglich der Funktion Rühren vorteilhafte Form ist dann gegeben, wenn das Rührerelement 10 die Form eines Kreuzes aufweist. Dabei ist der eine Kreuzbalken durch einen Stabmagneten 23 und der andere Kreuzbalken durch einen Rührstab oder ebenfalls durch einen Stabmagneten gebildet.

Vorteilhafterweise ist der Stabmagnet 23 von einem Schutzmantel, z. B. aus Quarz, Glas oder Kunststoff wie PTFE, umgeben. Soll das Rührerelement zugleich für eine indirekte Erwärmung der zu rührenden Flüssigkeit 9 verwendet werden, so wird für den Schutzmantel ein mikrowellenabsorbierendes Material wie beispielsweise WEFLOX verwendet. Bei WEFLOX handelt es sich um PTFE mit eingelagerten Kohlenstoffpartikeln.

Zusätzlich zu dem einen Rührerelement 10 im Aufnahmebehälter 3 können noch weitere Rührerelemente 27 in den Probenbehältern 8 angeordnet sein. Diese sorgen für eine gleichmäßige Temperaturverteilung in den Proben 28 selbst. Aufbau und Funktionsweise entsprechen denjenigen des oben beschriebenen Rührerelements 10. Die drehbare Anordnung 12 zweiter Magneten sorgt sowohl für den Antrieb des Rührerelements 10 im Aufnahmebehälter 3 als auch für den Antrieb der Rührerelemente 27 in den Probenbehältern 8.

Bei den Rührerelementen 27 in den Probenbehältern 8 ist der Schutzmantel von besonderer Bedeutung. Um zu verhindern, daß insbesondere beim Vorhandensein von aggressiven Substanzen 28 kleinste Teilchen oder Moleküle aus dem Magnetmaterial bzw. Metall in das Probenmaterial 28 diffundieren, ist der Stabmagnet mit einer solchen Durchdringung verhindernden Hülle umgeben, die aus einem geeigneten Schutzmaterial, wie beispielsweise Quarz, Glas oder PTFE bestehen kann.

Durch die Verschlussvorrichtung des Aufnahmebehälters 3 aus Metallflansch 5 und Deckenteil 4 erstrecken sich mindestens zwei durchgehende Kanäle 24, über welche Druckgas in das Innere des Aufnahmebehälters 3 geleitet werden kann bzw. durch die das Druckgas wieder abströmen kann. Zu diesem Zweck sind die Kanäle 24 an ihren flanschseitigen Ausgängen jeweils mit einem (nicht gezeigten) Hochdruckventil versehen.

Mittels dieser Hochdruckventile kann der Aufnahmebehälter 3 vor dem Einsatz evakuiert und mit Inertgas oder Reaktionsgas gespült werden. Zudem kann der Druck in dem Aufnahmebehälter 3 und den Probenbehältern 8 jederzeit reguliert werden. Für eine solche Druckregulierung ist vorteilhafterweise ein (nicht gezeigter) Drucksensor zur Messung des Druckes in dem Aufnahmebehälter 3 vorgesehen.

Da die Probenbehälter 8 mit den Pfropfen 14 nicht druckfest verschlossen sind, herrscht in den Probenbehältern 8 der gleiche Druck wie in dem sie aufnehmenden, druckfest verschlossenen Aufnahmebehälter 3. Dadurch ist es möglich, daß die Probenbehälter 8 nicht druckfest sein müssen. Es können also beispielsweise einfache Reagenzgläser verwendet werden, die im Vergleich zu entsprechenden druckfesten Behältern wesentlich preisgünstiger sind.

In der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist also nur ein äußerer druckfester Aufnahmebehälter 3 nötig. Das Deckenteil

DE 197 00 499 A 1

7

4 dichtet innen den Kühlfinger 7 mit einer Dichtungs-
vorrichtung, beispielsweise durch zwei O-Ringe ab. Außen ist
ebenfalls eine Dichtungsanordnung in Form eines Dicht-
rings zwischen dem Deckenteil 4 und dem Aufnahmebehäl-
ter 3 vorgesehen. Auf diese Weise wird gewährleistet, daß
der Druck in dem Aufnahmebehälter 3 aufgebaut und auf-
recht gehalten werden kann.

Im folgenden wird die Abfolge eines Arbeitsganges zur
Behandlung der Proben beschrieben, bei dem die oben an-
hand der Fig. 1 und 2 beschriebene Vorrichtung eingesetzt
wird. Zur Erläuterung des Arbeitsganges wird zudem auf
Fig. 3 verwiesen.

Zunächst müssen die zu behandelnden Proben 28 in den
Mikrowellengefäß 1 eingebracht werden. Dazu wird das Ge-
stell 13 in den Aufnahmebehälter 3 gestellt, in dem sich be-
reits das Rührelement 10 befindet. Anschließend werden die
mit den Pfropfen 14 druckdurchlässig verschlossenen Pro-
benbehälter 8 mit den darin befindlichen Proben 28 in die
entsprechenden Standplätze des Gestells 13 gestellt. Dann
wird in den Aufnahmebehälter 3 eine Flüssigkeit 9 einge-
füllt bis zu einem Pegel, der oberhalb der chemischen Sub-
stanzen und unterhalb des oberen Randes der Probenbehäl-
ter 8 liegt. Die Flüssigkeit 9 ist vorzugsweise eine mikro-
wellen-absorbierende Flüssigkeit, d. h. sie erwärmt sich bei
Bestrahlung durch Mikrowellen.

Es besteht ebenso die Möglichkeit, eine nicht mikro-
wellen-absorbierende Flüssigkeit 9 zu verwenden. In diesem
Fall muß in dem Aufnahmebehälter 3 ein mikrowellen-ab-
sorberendes Element vorhanden sein, welches durch die
Mikrowellenbestrahlung erhitzt wird und die Wärme an die
Flüssigkeit 9 abgibt. Wie oben bereits erwähnt, kann hierzu
beispielsweise das Rührelement 10 verwendet werden, das
mit einem mikrowellen-absorbierenden Schutzmantel ver-
sehen ist.

Nun wird der Aufnahmebehälter 3 mit der Verschluss-
vorrichtung aus Deckenteil 4 und Metallflansch 5 verbunden.
Der am Flansch 5 angebrachte Kühlfinger 7 wird dabei
durch die Öffnung in der Mitte des Deckenteils 4 geführt,
und der Aufnahmebehälter 3 in die enge Führung 26 des
Flansches 5 eingeführt bis er mit seiner umlaufenden Rast-
nase 25 hinter einem entsprechenden Vorsprung am Flansch
5 einrastet. Durch den Pressitz zwischen Führung 26 und
Aufnahmebehälter 3 wird die Dichtwirkung des Deckenteils
4 zusätzlich verstärkt.

Die Verschlussvorrichtung aus Metallflansch 5 und druck-
festem Deckenteil 4 sollte allerdings für die Entnahme der
Probenbehälter 8 leicht von dem Aufnahmebehälter 3 zu lö-
sen sein. Dies ist insbesondere im Hinblick auf eine Auto-
matisierung dieses Vorganges vorteilhaft.

Die Anordnung aus Verschlussvorrichtung 4, 5 und Auf-
nahmebehälter 3 wird nun durch die Öffnung 31 im Deckel
des Mikrowellengehäuses 1 in den sich bereits in der Öff-
nung befindlichen Druckmantel 11 eingeschoben bis der
Flansch 5 auf dem Deckel des Mikrowellengehäuses 1 auf-
liegt und somit zusammen mit dem Metallgehäuse 1 des Mi-
krowellengefäßes einen mikrowellen-undurchlässigen Fara-
day'schen Käfig bildet. Jetzt wird der Flansch mit zwölf
Schrauben 6 mit dem Mikrowellengehäuse 1 verschraubt.

Um die relativ aufwendige Verschraubung des Flansches
5 mit den zwölf Schrauben 6 zu vermeiden, ist eine alterna-
tive Verschluss- und Befestigungsmöglichkeit denkbar. Die
Führung 26, welche in die Öffnung 31 in der Decke des Mi-
krowellengehäuses 1 eingeführt ist, kann so ausgebildet
sein, daß sie sich oberhalb der Decke des Mikrowellenge-
häuses 1 in Gestalt eines Randes so weit nach oben erstreckt,
daß sie eine Aufnahme für den Metallflansch 5 bildet. Sei-
lich befinden sich sowohl in der Führung 26 als auch im
Flansch 5 zwei bis drei Bohrungen. In diese Bohrungen wer-

8

den zum Befestigen des Flansches 5 Bolzen eingeführt.

Um dem Benutzer die richtige Positionierung des Flan-
ches 5 in der Führung 26 zu erleichtern, können entspre-
chende Markierungen oder Positionierelemente an Flansch
5 und/oder Führung 26 vorgesehen sein. Das Einführen we-
niger Bolzen ist in jedem Fall einfacher und schneller auszu-
führen als eine Verschraubung mit mehreren Schrauben 6.
Die Anzahl der Schrauben 6 kann auch nicht reduziert wer-
den, da sie den hohen, in dem Aufnahmebehälter 3 vorherr-
schenden Drücken standhalten müssen. Durch eine entspre-
chend ausgewählte Stärke der Bolzen kann diese Festigkeit
schon durch eine relativ geringe Anzahl von zwei oder drei
Bolzen erreicht werden.

Zu Beginn des Prozesses wird nun durch die Druckkanäle
24 Druckgas in den Aufnahmebehälter 3 eingeleitet, wobei
sich der Druck durch die druckdurchlässigen Pfropfen 14 in
die Probenbehälter 8 fortsetzt. Durch den Vordruck von
etwa 10 bis 20 bar wird der Siedepunkt der in dem Aufnah-
mebehälter 3 befindlichen Flüssigkeit sowie der Siedepunkt
der in den Probenbehältern 8 befindlichen chemischen Sub-
stanzen 28 erhöht. Bei dem Druckgas kann es sich um Luft,
Inertgas oder auch ein Reaktionsgas handeln.

Durch den erhöhten Siedepunkt geht beim Erhitzen der
Flüssigkeit 9 und der Proben 28 durch die Bestrahlung mit
Mikrowellen weniger Flüssigkeit in die Dampfphase über,
in der nahezu keine Mikrowellenabsorption möglich ist. Das
bedeutet, daß die Grundlast für die Mikrowellenbestrahlung,
d. h. die Menge mikrowellen-absorbierender Materie etwa
konstant bleibt. Durch den erhöhten Druck und den dadurch
erzielten erhöhten Siedepunkt kann demnach die chemische
Reaktion bei höheren Temperaturen ablaufen.

Die Tatsache, daß in allen Probenbehältern 8 sowie im
Aufnahmebehälter 3 der gleiche Druck herrscht, hat den
Vorteil, daß sich die Proben 28 in den einzelnen Probenbe-
hältern 8 nicht gegenseitig beeinflussen können, obwohl die
Probenbehälter nicht druckfest verschlossen sind. Durch
eine geeignete Ausgestaltung der Pfropfen 14 können na-
hezu keine Verunreinigungen auftreten, indem die chemi-
schen Substanzen 28 aus dem einen Probenbehälter 8 über
die Gasphase in einen anderen Probenbehälter 8 gelangen.
d. h. es gibt nahezu keine Verschleppungsfehler.

Durch diese Maßnahme ist es beispielsweise möglich, in
den Probenbehältern 8 verschiedene Proben 28 (z. B. ver-
schiedene chemische Substanzen oder verschiedene Kon-
zentrationen) gleichzeitig in einem Arbeitsgang zu behan-
deln, ohne daß die Gefahr einer gegenseitigen Verunreini-
gung der Proben 28 besteht.

Der Kühlfinger 7 liegt auf dem gleichen elektrischen Po-
tential wie das Mikrowellengehäuse 1, weil er selbst aus
Metall besteht und über den Metallflansch 5 und die Ver-
schraubung 6 elektrisch mit dem Gehäuse 1 des Mikrowel-
lengefäßes verbunden ist. Die seitlich einstrahlende Mikro-
welle wird daher an dem Kühlfinger 7 reflektiert und pas-
siert zweimal die Proben 28 bzw. die Flüssigkeit 9, so daß
auf diese Weise die Erhitzung durch Mikrowellenbestrah-
lung gefördert wird.

Vor Beginn des Heizvorganges wird der Kühlfinger 7
durch die Leitungen 16 und 17, beispielsweise mittels
Druckgas 34, leer gespült, d. h. eine evtl. vorhandene Kühl-
flüssigkeit 35 aus dem Innenraum des Kühlfingers 7 ent-
fernt. Dadurch ist die Wärmekapazität des Kühlfingers 7
und somit der gesamten Anordnung im Aufnahmebehälter 3
stark reduziert und die Erhitzung der Flüssigkeit 9 bzw. der
Proben 28 in den Probenbehältern 8 geht schneller vor sich.

Vorteilhafterweise wird der Kühlfinger 7 vor und wäh-
rend des Heizvorganges mit einem Gas 34 gespült. Die Spü-
lung kann dabei durch Druck oder Unterdruck vorgenom-
men werden. Zum Abkühlen, d. h. im allgemeinen nach dem

DE 197 00 499 A 1

9

Heizvorgang, wird der Kühlfinger 7 zunächst mit einem höheren Gasstrom 34 aus der Kühlmittelzuleitung 17 vorgekühlt. Hierdurch werden insbesondere bei sehr hohen Temperaturunterschieden Druckbelastungen im Inneren des Kühlfingers 7 durch extreme Dampfbildung vermieden oder zumindest deutlich reduziert. Anschließend wird der Kühlfinger 7 mit einer hochsiedenden Kühlflüssigkeit 35 abgekühlt, um die Proben 28 schneller entnehmen zu können.

Wie in Fig. 3 gezeigt, kann die Umschaltung zwischen Gasstrom 34 und Kühlflüssigkeit 35 automatisch durch eine Umschaltvorrichtung 33 vorgenommen werden. Als Umschaltvorrichtung 33 sind beispielsweise eine Anordnung aus mehreren Ventilen oder ein Dreiwege-Ventil denkbar. Die Ventile bzw. das Dreiwege-Ventil werden dabei von einer Elektronik, beispielsweise mittels PC, kontrolliert und gesteuert.

Dadurch daß der Kühlfinger 7 vor und während des Heizvorganges mit Gas 34 gespült wird, wird der Wärmegradient zwischen dem Inneren des Kühlfingers 7 und der Flüssigkeit 9 deutlich verringert. Durch diese Maßnahme sind somit genauere Temperaturmessung möglich, da Meßfehler des Thermofühlers 32 verringert werden.

Während der Behandlung der chemischen Substanzen 28 wird die Flüssigkeit 9 im Aufnahmebehälter 3 durch das Rührelement 10 gerührt, damit eine gleichmäßige Temperaturverteilung in der gesamten Flüssigkeit 9 vorherrscht. Dadurch werden auch die Probenbehälter 8 mit den darin befindlichen Proben 28 gleichmäßig erwärmt. Evt. werden zusätzlich die Proben 28 in den Probenbehältern 8 mittels der Rührelemente 27 gerührt, um die gleichmäßige Temperaturverteilung in den Proben 28 weiter zu fördern.

Je nach Art der zu behandelnden Proben 28, werden diese direkt oder indirekt durch die Bestrahlung mit Mikrowellen erhitzt. Gleiches gilt für die Flüssigkeit 9, die ihrerseits die Probenbehälter 8 erwärmt.

Das schnelle Abkühlen nach erfolgter chemischer Reaktion ermöglicht einen hohen Durchsatz von Proben durch das Gerät. Ein hoher Durchsatz bedeutet eine hohe Arbeitsgeschwindigkeit, d. h. Zeitersparnis und damit auch Kostenersparnis.

Patentansprüche

1. Vorrichtung zum Behandeln chemischer Substanzen durch Erhitzen unter Druck, mit
- einem mikrowellen-undurchlässigen Gehäuse (1),

- einer mit dem Innenraum (2) des Gehäuses (1) verbundenen Mikrowellenquelle (29), und
- mindestens einem zur Aufnahme der chemischen Substanzen oder Proben (28) dienenden Probenbehälter (8).

dadurch gekennzeichnet,
daß der oder die Probenbehälter (8) druckdurchlässig verschließbar ist/sind, und
daß der oder die Probenbehälter (8) in einem druckfest verschließbaren Aufnahmebehälter (3) aus mikrowellen-durchlässigem Material angeordnet ist/sind.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Aufnahmebehälter (3) von oben durch eine Öffnung (31) in der Decke des Gehäuses (1) in das Gehäuse (1) eingeführt und mittels einer Verschlussvorrichtung (4, 5) an der Decke des Gehäuses (1) befestigt wird, wobei die Verschlussvorrichtung (4, 5) ein metallisches Deckelteil (5) zur Befestigung am Gehäuse (1) und zur Mikrowellen-Abdichtung der Öffnung (31) und ein Deckelteil (4) zum druckfesten Ver-

10

schließen des Aufnahmebehälters (3) aufweist.

3. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Deckelteil (5) und das Deckelteil (4) eine Einheit bilden, die leicht von dem Aufnahmebehälter (3) entfernt ist.

4. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung weiter einen Kühlfinger (7) zur Kühlung der in den Probenbehältern (8) befindlichen Proben (28) aufweist, der in den Aufnahmebehälter (3) hineinragt und in thermischem Kontakt mit den Probenbehältern (8) steht.

5. Vorrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Kühlfinger (7) eine Zuleitung (17) und eine Ableitung (16) für ein Kühlmittel (34, 35) aufweist, wobei die Zuleitung (17) mit einer Umschaltvorrichtung (33) zur Umschaltung zwischen verschiedenen Kühlmitteln (34, 35) ausgestattet ist.

6. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung weiter ein magnetisches Rührelement (10) im Aufnahmebehälter (3) aufweist.

7. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der oder die Probenbehälter (8) jeweils ein magnetisches Rührelement (27) aufweist bzw. aufweisen.

8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 4 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Kühlfinger (7) metallisch ist und mit dem Gehäuse (1) des Mikrowellenofens in metallischem Kontakt steht, so daß er auf dem gleichen elektrischen Potential liegt wie das Gehäuse (1) des Mikrowellenofens.

9. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung weiter einen Thermosensor zur Messung der Temperatur im Aufnahmebehälter (3) aufweist.

10. Vorrichtung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Zuleitungsdrähte des Thermosensors in einem metallischen Rohr (21) aus dem Gehäuse (1) des Mikrowellenofens herausgeführt sind, welches mit dem Gehäuse (1) des Mikrowellenofens in metallischem Kontakt steht, so daß es auf dem gleichen elektrischen Potential liegt wie das Gehäuse (1) des Mikrowellenofens.

11. Vorrichtung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß das Rohr (21) im Innern des Kühlfingers (7) angeordnet ist und am unteren Ende des Kühlfingers (7) aus diesem herausragt.

12. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß in dem Aufnahmebehälter (3) ein Gestell (13) mit Standplätzen für die Probenbehälter (8) vorgesehen ist.

13. Verfahren zum Behandeln chemischer Substanzen durch Erhitzen in einer Vorrichtung mit

- einem mikrowellen-undurchlässigen Gehäuse (1),

- einer mit dem Innenraum (2) des Gehäuses (1) verbundenen Mikrowellenquelle (29),

- mindestens einem verschließbaren und zur Aufnahme einer chemischen Substanz bzw. Probe (28) dienenden Probenbehälter (8) aus mikrowellen-durchlässigem Material, und

- einem Kühlfinger (7) zur Kühlung der in dem Probenbehälter oder den Probenbehältern (8) befindlichen Probe bzw. Proben (28), der in thermischem Kontakt mit dem Probenbehälter oder den Probenbehältern (8) steht, und insbesondere in einer Vorrichtung nach einem der vorhergehenden

DE 197 00 499 A 1

11

12

Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, daß der Kühlfinger (7)
vor dem Erhitzen der Probe bzw. der Proben (28)
entleert, d. h. ein evtl. in dem Kühlfinger (7) vor-
handenes Kühlmittel (35) entfernt wird, um die 5
Wärmekapazität der Anordnung zu verringern,
und daß nach erfolgter Reaktion in dem Probenbe-
hälter bzw. den Probenbehältern (8) ein Kühlmittel
(34, 35) in bzw. durch den Kühlfinger (7) geleitet
wird, um die Probe bzw. Proben (28) schnell 10
abzukühlen.

14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß der Kühlfinger (7) vor und während des Heizvorganges mit Mikrowellenbestrahlung mit einem Gas (34) gespült wird. 15

15. Verfahren nach Anspruch 13 oder 14, dadurch gekennzeichnet, daß der Kühlfinger (7) zum Abkühlen zunächst mit einem höheren Gasstrom (34) vorgekühlt und anschließend mit einer hochsiedenden Kühlfüssigkeit (35) abgekühlt wird. 20

16. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Probenbehälter (8) vor der Erhitzung der darin befindlichen Proben (28) mit Druck beaufschlagt werden, um den Siedepunkt der chemischen Substanzen (28) in den Probenbehältern (8) zu erhöhen. 25

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß die Probenbehälter (8) mit den darin befindlichen Proben (28) indirekt über eine Flüssigkeit (9) erwärmt werden, welche sich in dem Aufnahmebehälter (3) befindet, die Probenbehälter (8) etwa bis zum Pegel der darin enthaltenen Proben (28) umgibt und direkt oder indirekt durch Bestrahlung mit Mikrowellen erhitzt wird. 30

18. Verfahren nach Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeit (9) zum Zwecke einer gleichmäßigen Temperaturverteilung durch Rühren gemischt wird. 35

19. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß die chemischen Substanzen (28) in den Probenbehältern (8) zum Zwecke einer gleichmäßigen Temperaturverteilung jeweils durch Rühren gemischt werden. 40

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen 45

50

55

60

65

ZEICHNUNGEN SEITE 1

Nummer:
Int. Cl.⁶:
Offenlegungstag:

DE 197 00 499 A1
B01L 7/00
25. Juni 1998

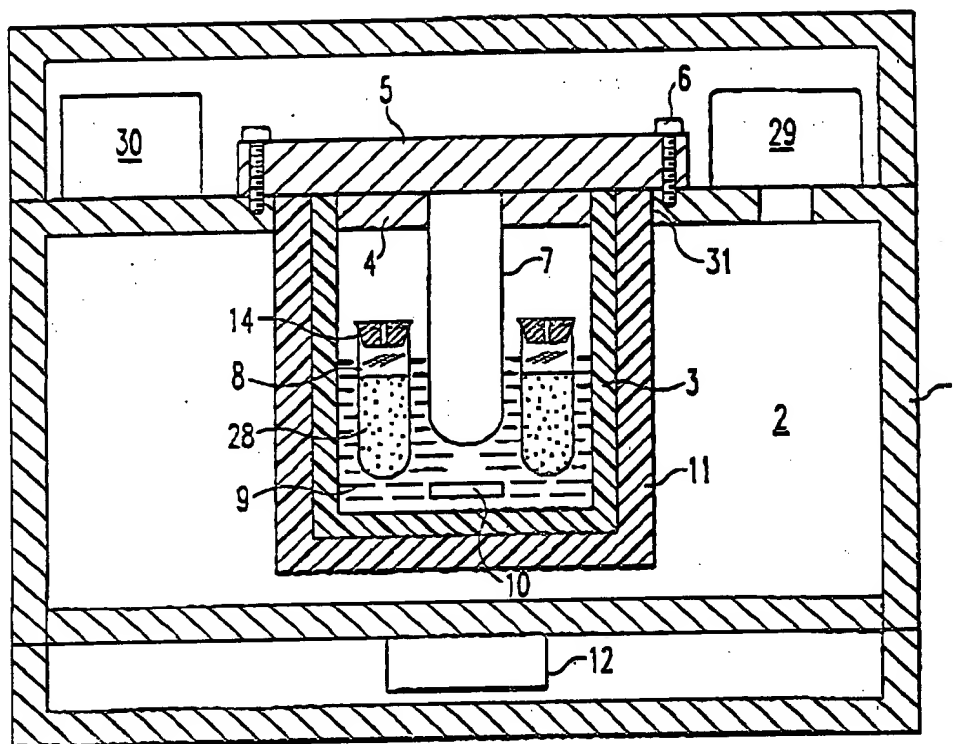


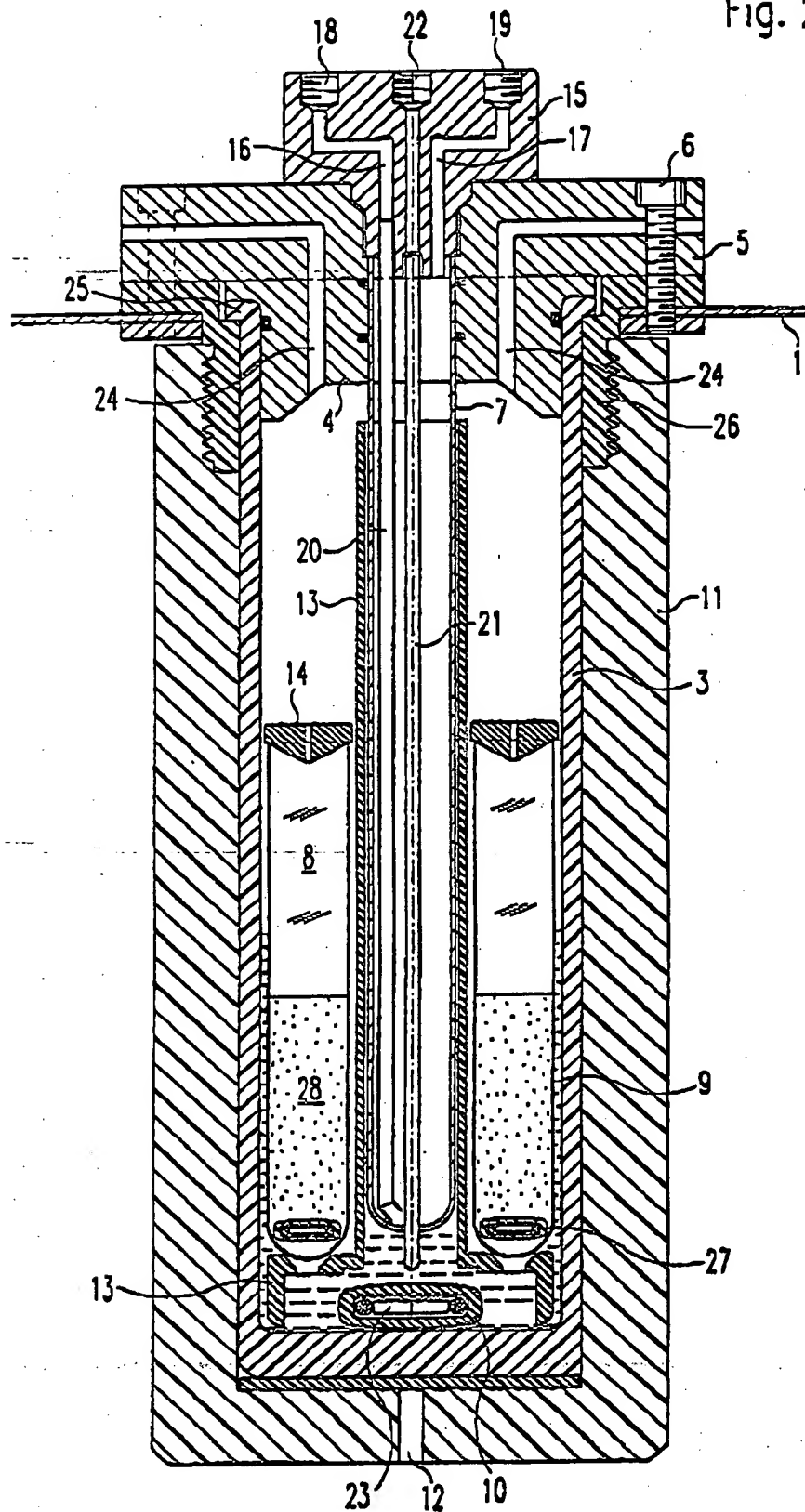
Fig. 1

ZEICHNUNGEN SEITE 2

Nummer:
Int. Cl. 6:
Offenlegungstag:

DE 197 00 499 A1
B 01 L 7/00
25. Juni 1998

Fig. 2



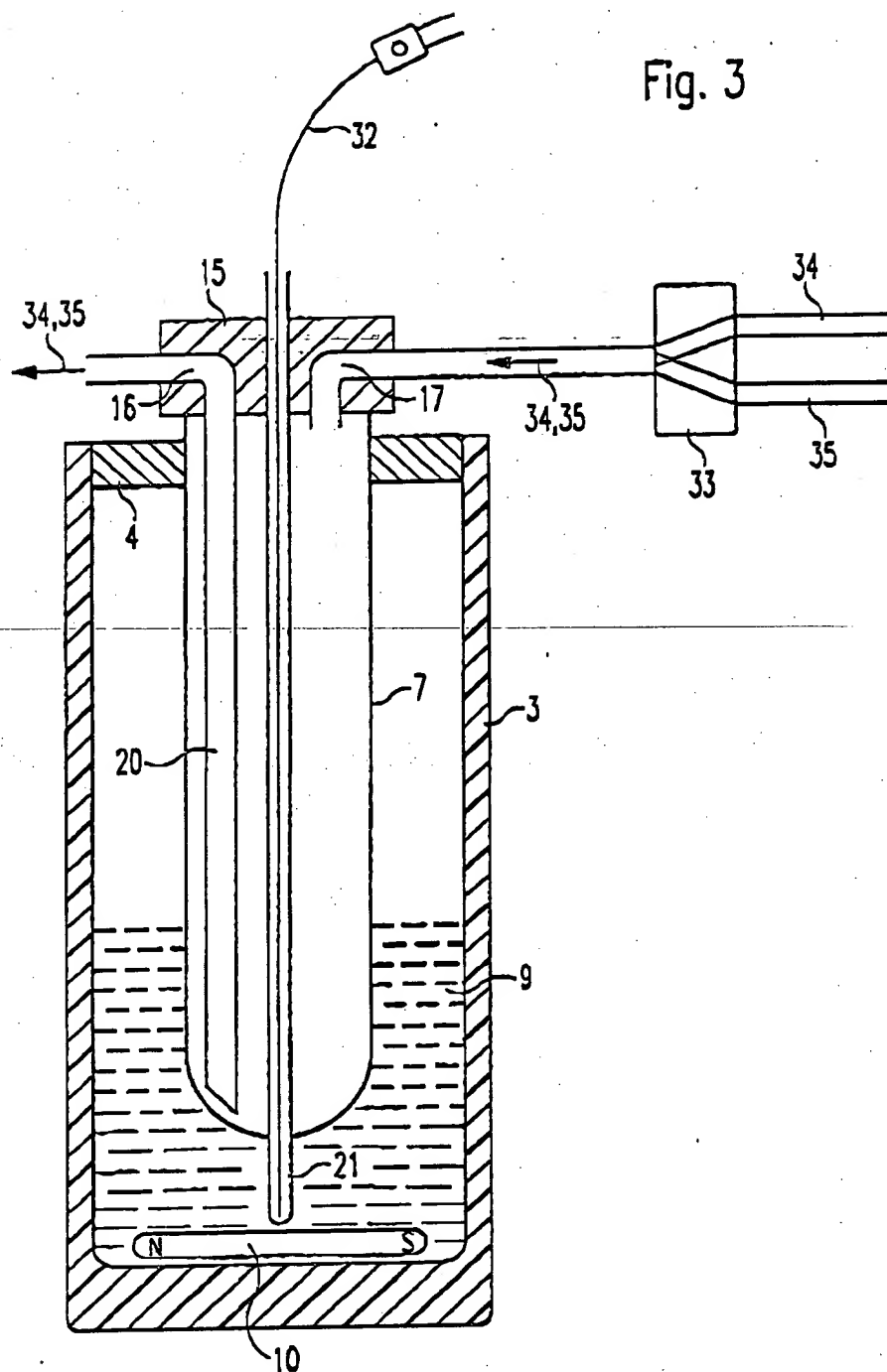
802 026/878

ZEICHNUNGEN SEITE 3

Nummer:
Int. Cl.®:
Offenlegungstag:

DE 197 00 499 A1
B 01 L 7/00
25. Juni 1998

Fig. 3



802 026/876

Received Time Nov. 22. 7:09AM

Print Time Nov. 22. 7:27AM

ZEICHNUNGEN SEITE 1

Nummer:
Int. Cl.
Offenlegungstag:

DE 197 05 489 A1
9 01 L 7/00
25. Juni 1998

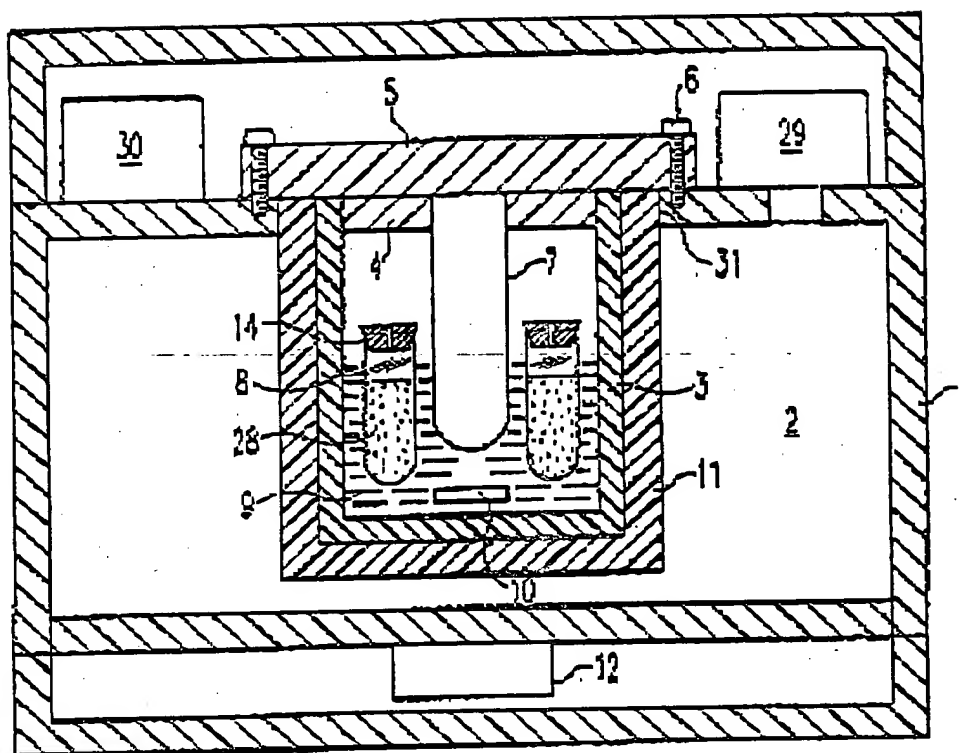


Fig. 1

002 028/876

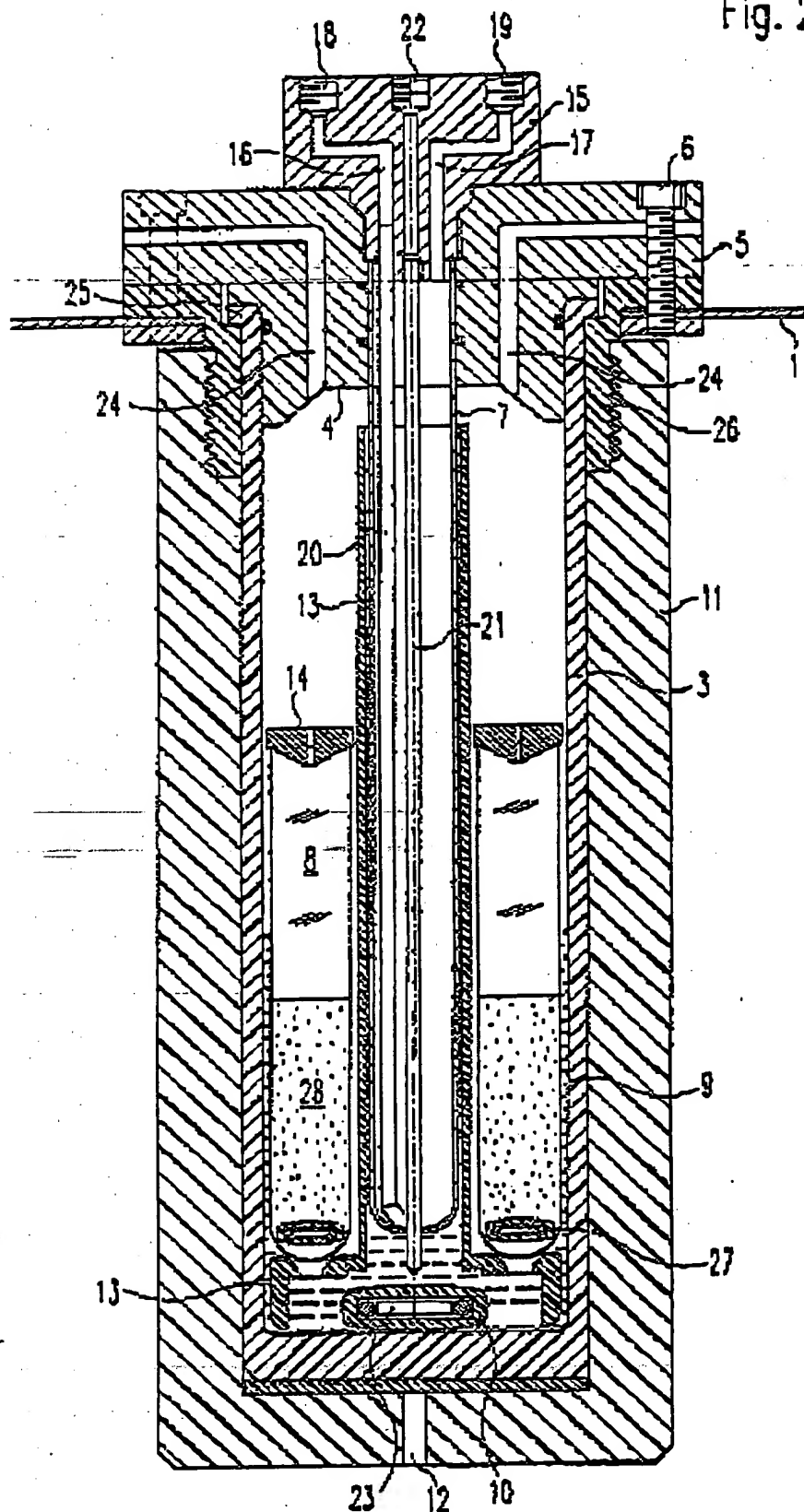
Received Time

Nov. 22. 7:09AM

Print Time

Nov. 22. 7:27AM

Fig. 2



802 026/276

ZEICHNUNGEN SEITE 3

Nummer:

DE 197 00 489 A1

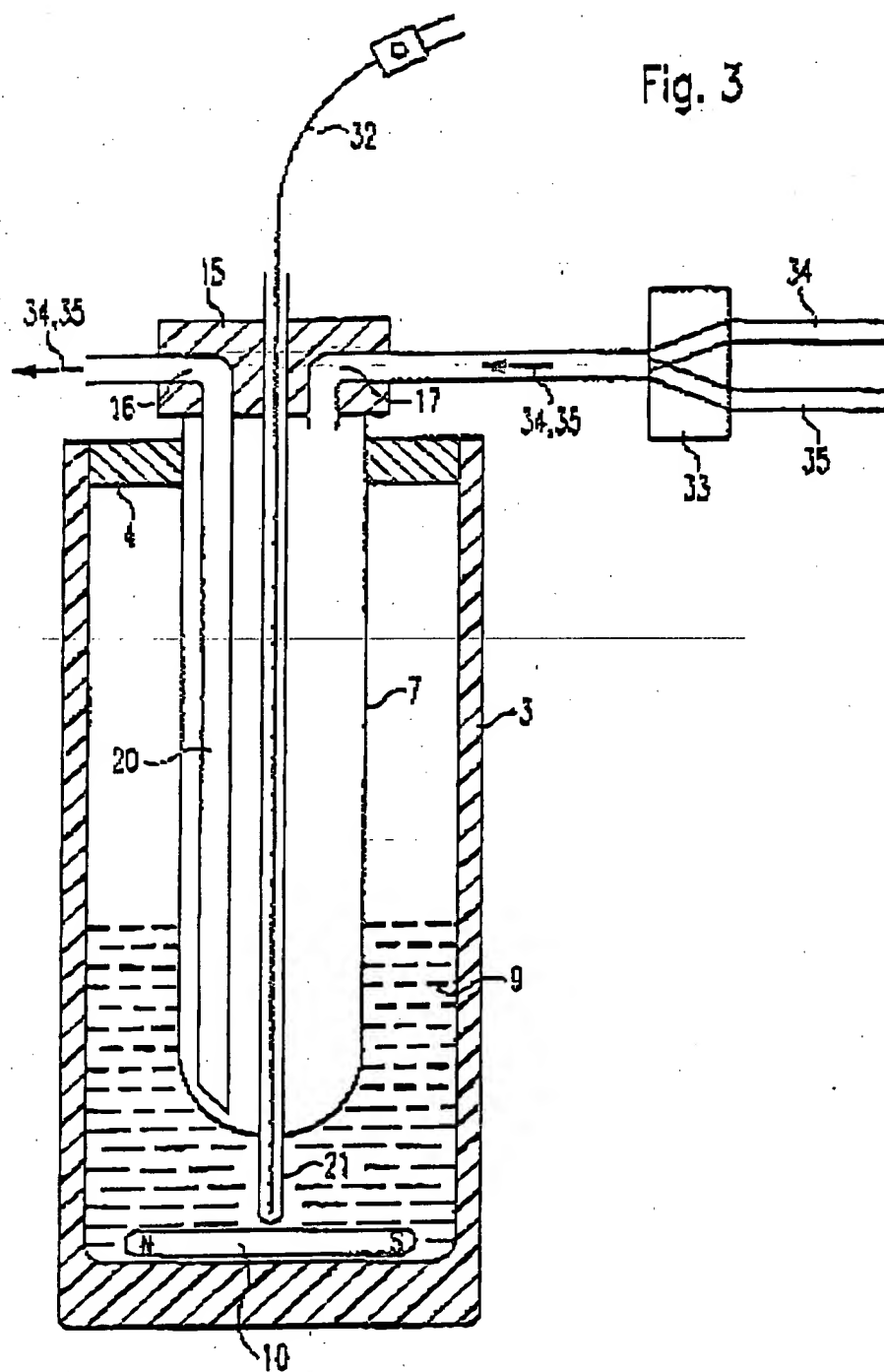
Int. Cl. 9

B 01 L 7/00

Offenlegungstag:

25. Juni 1998

Fig. 3



802 026/876

POWERED BY **Dialog****Assembly to sterilize, trigger or accelerate a chemical process by irradiation****Patent Assignee:** MWS MIKROWELLEN SYSTEME GMBH**Inventors:** LAUTENSCHLAEGER W**Patent Family**

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
DE 19748520	A1	19990506	DE 1048520	A	19971103	199924	B
EP 916398	A1	19990519	EP 98120867	A	19981103	199924	

Priority Applications (Number Kind Date): DE 1048520 A (19971103)**Patent Details**

Patent	Kind	Language	Page	Main IPC	Filing Notes
DE 19748520	A1		8	B01J-019/12	
EP 916398	A1	G		B01J-019/12	
Designated States (Regional): AL AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LT LU LV MC MK NL PT RO SE SI					

Abstract:

DE 19748520 A1

NOVELTY Assembly for sterilizing, triggering or accelerating a chemical process has a short wave light emitter located within a reactor and excited by exposure to adjacent long wave emissions, intensifying the reaction or sterilization process.

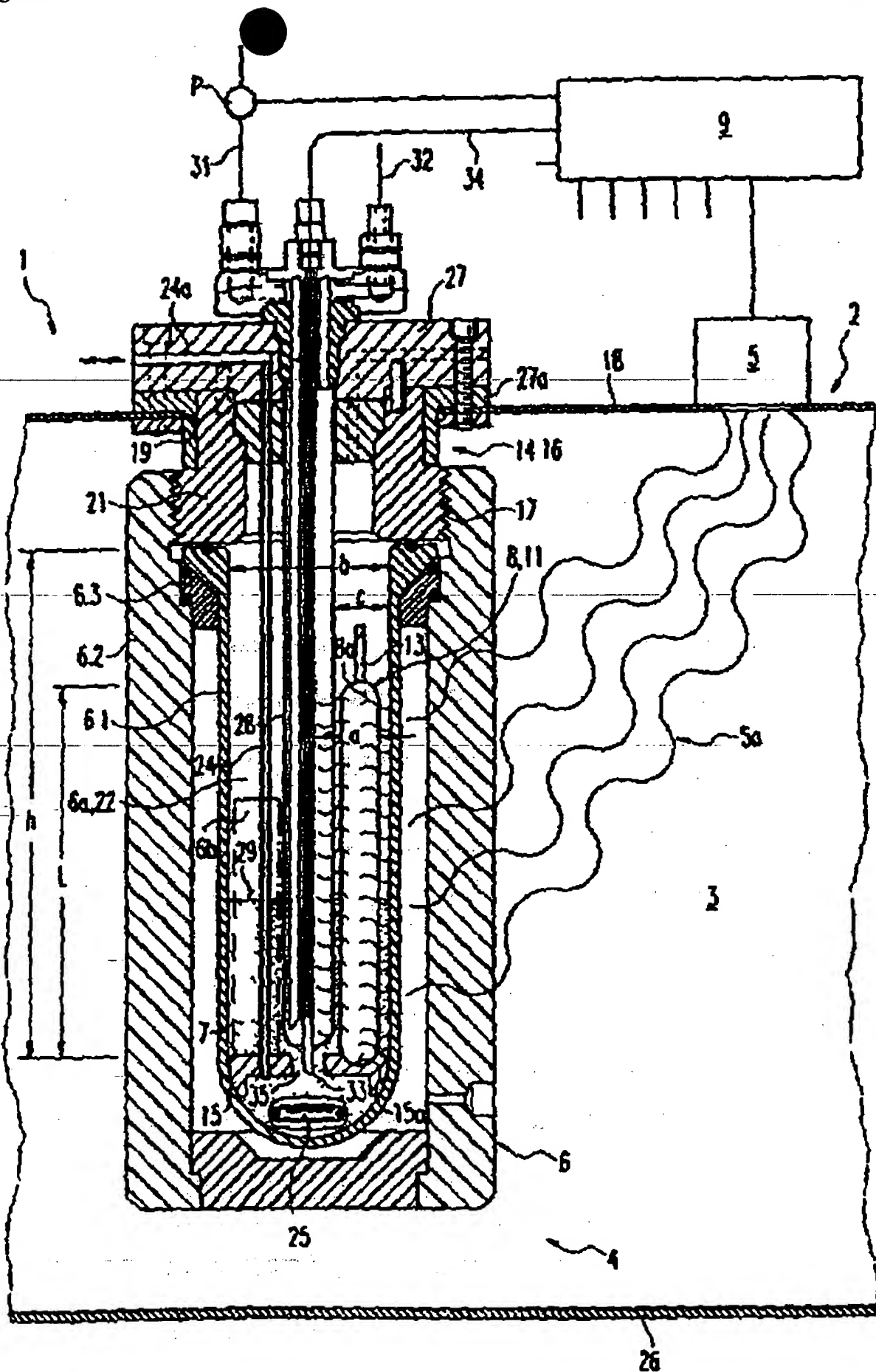
DETAILED DESCRIPTION An assembly (1) triggers and promotes a chemical reaction by exposing the starting ingredients (7) to electromagnetic waves. The assembly has a reactor chamber (6a) for the ingredients (7), a first long-wave (5a) emitter (5), and a second short-wave (8a) emitter (8) located within the reactor chamber (6a), either wholly or partly submerged in the ingredients (7). The second emitter (8) is preferably a gas-filled hollow rod (10) of circular cross section. The gas in the second emitter is excited by the long-wave emission and in turn generates short-wave emissions esp. infrared light, visible light or ultra- violet light. The assembly (1) has an electrical control unit .

USE Assembly to trigger or accelerate a chemical process, or to sterilize a substance by exposure to high intensity light.

ADVANTAGE The assembly intensifies especially the emissions generated by the second emitter.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) The drawing shows a vertical cross-section through a tub-shaped reactor containing the ingredients which surround the second emitter.

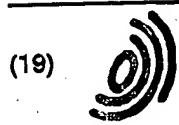
pp; 08 DwgNo 1/2



Derwent World Patents Index

© 2001 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 12472645



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 916 398 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
19.05.1999 Patentblatt 1999/20(51) Int. Cl.⁸: B01J 19/12, G01N 1/44

(21) Anmeldenummer: 98120867.1

(22) Anmeldetag: 03.11.1998

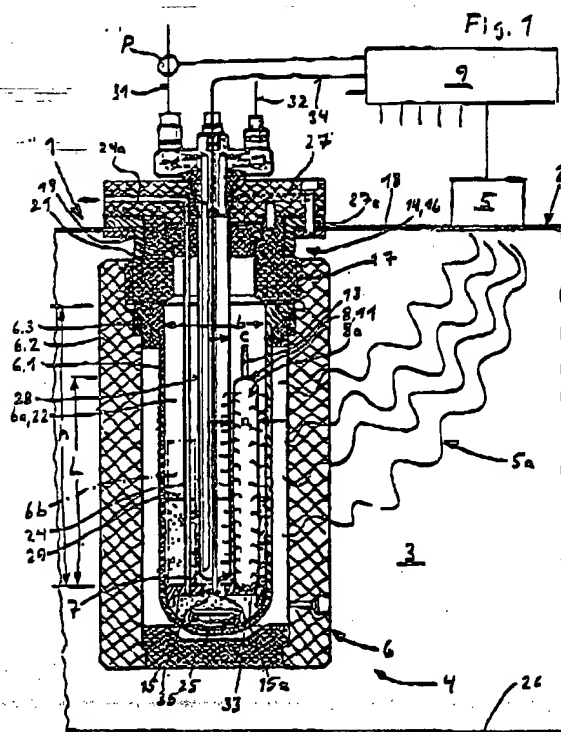
(54) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE
Benannte Erstattungsstaaten:
AL LT LV MK RO SI(72) Erfinder: Lautenschläger, Werner
88299 Leutkirch (DE)(74) Vertreter:
Schmidt-Evers, Jürgen, Dipl.-Ing. et al
Patentanwält Mitscherlich & Partner,
Sonnenstrasse 33
80331 München (DE)

(30) Priorität: 03.11.1997 DE 19748520

(71) Anmelder:
Mikrowellen-Systeme MWS GmbH
7240 Koblis (CH)

(54) Vorrichtung zum Auslösen und/oder Fördern chemischer Prozesse durch Bestrahlung eines Ausgangsstoffs mit elektromagnetischen Wellen

(57) Bei einer Vorrichtung zum Auslösen und/oder Fördern chemischer Prozesse durch Bestrahlung eines Ausgangsstoffs (7) mit elektromagnetischen Wellen, mit wenigstens einem von einer Wandung umgebenen Aufnahme- raum (6a) für den Ausgangsstoff (7), einer ersten Strahlungsquelle (5), die den Aufnahme- raum (6) mit einer vorzugsweise langwellige elektromagnetische Wellen aufweisenden ersten Strahlung (5a) bestrahlt, einer zweiten Strahlungsquelle (8), die den Aufnahme- raum (6a) mit einer kurzwellige elektromagnetische Wellen enthaltenden zweiten Strahlung (8a) bestrahlt, und einer elektrischen Steuereinrichtung zum Steuern der Vorrichtung (1), wobei die zweite Strahlungsquelle (8) im Aufnahme- raum (6a) angeordnet ist.



EP 0 916 398 A1

Beschreibung

[0001] Es ist bekannt, chemische Prozesse dadurch auszulösen oder zu fördern, daß ein in einem Aufnahme-
 5 raum befindlicher Ausgangsstoff mit langwelligen elektromagnetischen Wellen, wie z.B. Mikrowellen, oder kurzwelligen elektromagnetischen Wellen, wie z.B. ultraviolettes Licht (UV) oder Infrarotlicht (IR) bestrahlt werden. Beide Bestrahlungsmaßnahmen können auf-
 grund ihrer unterschiedlichen Wirkungsweisen ganz spezifische Einsatzbereiche haben, wobei allerdings
 10 auch Bereichsüberlappungen vorkommen. Ein wesentliches Merkmal ist, ob der chemische Prozeß im Ausgangsstoff bei Normaltemperatur oder bei erhöhter Temperatur stattfinden soll. Dabei ist zu berücksichtigen, daß eine Bestrahlung langwelligen elektromagnetischen Wellen zu einer erhöhten Temperatur im zu bestrahlenden Ausgangsstoff führt, wenn dieser die langwelligen elektromagnetischen Wellen absorbiert. Eine Bestrahlung mit kurzwelligen elektromagnetischen Wellen kann dagegen bei einer Normaltemperatur im Ausgangsstoff oder bei einer nur vernachlässigbar geringen Temperaturerhö-
 15 hung oder einer geringen Temperaturerhö-
 20 hung erfolgen. Eine langwellige elektromagnetische Bestrahlung wird z.B. dann gewählt, wenn der zu behandelnde Ausgangsstoff bei erhöhter Temperatur aufgeschlossen werden soll, wie es in vielen Fällen bei einer Stoffanalyse erforderlich ist. Eine Bestrahlung mit kurzwelligen elektromagnetischen Wellen kann dagegen bei niedriger Temperatur oder Normal- bzw. Raumtemperatur erfolgen. Eine Bestrahlung mit UV-Licht eignet sich z.B. gut zum Abtöten von Keimen zwecks Sterilisation.

[0002] Eine Vorrichtung der eingangs angegebenen Art ist in der EP-B-0 429 814 beschrieben. Bei dieser bekannten Vorrichtung ist eine erste Strahlungsquelle vorgesehen zur Erzeugung und Einkopplung einer langwelligeren elektromagnetischen Wellen wie Mikrowellen aufweisenden ersten Strahlung in einen ersten Bestrahlungsraum, in dem sich ein topfförmiger Aufnahmebehälter für den zu bestrahlenden Ausgangsstoff befindet. Außerdem ist in dem ersten Bestrahlungsraum eine zweite Strahlungsquelle zum Erzeugen von kurzwelligen elektromagnetischen Wellen, z.B. UV-Licht, in Form eines Gasreaktionsrohres in Ringform vorgesehen, der den Aufnahmebehälter umgibt. Das Gasreaktionsrohr ist bei Unterdruck mit einem Gas gefüllt, welches beim Bestrahlen mit der langwelligen ersten Strahlung diese absorbiert, wodurch die zweite Strahlung erzeugt wird, wobei bei einer niedrigen Leistung der ersten Strahlungsquelle der Ausgangsstoff im wesentlichen ohne Erwärmung bestrahlt werden kann und bei einer hohen Leistung der ersten Strahlungsquelle der Ausgangsstoff bei erhöhter Temperatur bestrahlt werden kann.

[0003] Bei dieser bekannten Vorrichtung ist die zweite Strahlungsquelle in Ringform ausgebildet, wobei sie den Aufnahmebehälter mit dem darin befindlichen Ausgangsstoff ringförmig umgibt.

[0004] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, bei einer Vorrichtung der eingangs angegebenen Art die Leistungsfähigkeit der Vorrichtung oder die Bestrahlung, insbesondere hinsichtlich der zweiten Strahlung, zu verbessern.

[0005] Diese Aufgabe wird durch die Merkmale des Anspruchs 1 gelöst.

[0006] Bei der erfindungsgemäßen Ausgestaltung ist die zweite Strahlungsquelle wenigstens teilweise im Aufnahmebehälter angeordnet. Hierdurch ist die zweite Strahlungsquelle in der Lage, das Ausgangsmaterial mit direktem oder indirektem Kontakt zu bestrahlen und zwar von innen nach außen. Dabei kann die zweite Strahlungsquelle sich über dem Ausgangsstoff oder sich wenigstens teilweise im Ausgangsstoff befinden, wobei sie darin völlig untertauchen kann oder insbesondere als aufrechter länglicher Körper, mit einem unteren Abschnitt in das Ausgangsmaterial eintauchen und mit einem oberen Abschnitt aus dem Ausgangsstoff oder aus dem Aufnahmebehälter nach oben herausragen kann. Es zeigt sich bei der erfindungsgemäßen Ausgestaltung, daß eine Bestrahlung des Ausgangsstoffs von innen nach außen verlustärmer und somit leistungsfähiger durchgeführt werden kann, da die zur Verfügung stehende Strahlungsleistung besser ausgenutzt werden kann.

[0007] Die zweite Strahlungsquelle kann durch einen Plasma-Strahler gebildet sein, der eine kurzwellige Wellen aufweisende Strahlung abgibt, z.B. IR- oder vorzugsweise UV-Licht.

[0008] Es ist im weiteren im Rahmen der Erfindung möglich, eine zweite Strahlungsquelle zu verwenden, die ihre zweite Strahlung unabhängig von der ersten Strahlungsquelle erzeugt und für diesen Zweck eine eigene Energieversorgung aufweist, oder die in ihrer Funktion von der ersten Strahlungsquelle und deren erste Strahlung abhängig ist. Im letzteren Fall eignet sich als zweite Strahlungsquelle ein sogenanntes Gasreaktionsrohr, das bei Unterdruck mit einem Gas gefüllt ist und dann, wenn es von der ersten Strahlung bestrahlt wird, die zweite Strahlung abgibt. Im Rahmen der Erfindung kann es sich bei der ersten Strahlung um eine solche mit vorzugsweise langwelligen elektromagnetischen Wellen, insbesondere Mikrowellen, handeln.

[0009] Die erste Strahlungsquelle kann so ausgebildet und gesteuert sein, daß sie bei geringer Strahlungsleistung im wesentlichen vollständig von dem unter Druck stehenden Gas im Gasreaktionsrohr absorbiert wird, wobei durch die dadurch erzeugte zweite Strahlung der Ausgangsstoff im wesentlichen erwärmungsfrei bestrahlt wird, wobei bei höheren Strahlungsleistungen entsprechende Anteile der ersten Strahlung, z.B. durch das unter Druck stehende Gas im Gasreaktionsrohr hindurch, zum Ausgangsstoff gelangen und eine entsprechende Erwärmung des Ausgangsstoffs herbeiführen.

[0010] Es ist im weiteren im Rahmen der Erfindung möglich und vorteilhaft, die erfindungsgemäße Vorrichtung als eine Durchflußvorrichtung auszubilden, bei der

der feste und/oder flüssige und/oder gasförmige zu bestrahlende Ausgangsstoff die Vorrichtung in einem einen Aufnahmeraum für den Ausgangsstoff bildenden Durchflußrohr durchströmt und dabei der ersten Strahlung und der zweiten Strahlung ausgesetzt wird, oder die Vorrichtung kann auch einen topfförmigen Aufnahmebehälter aufweisen, dessen Hohlraum den Aufnahmeraum für den Ausgangsstoff bildet, in dem sich der Ausgangsstoff nach seiner Einfüllung während der Bestrahlung befindet und nach der Bestrahlung entnommen werden kann.

[0011] Bei allen erfindungsgemäßen Lösungen ist der zu bestrahlende Ausgangsstoff von der Strahlungsquelle lediglich durch deren Wandung getrennt. Dabei kann die zweite Strahlungsquelle und/oder der Aufnahmeraum für den zu bestrahlenden Ausgangsstoff so groß bemessen sein, daß der Aufnahmeraum durch einen die zweite Strahlungsquelle umgebenden Ringraum einer nur so großen Ringbreite gebildet wird, daß der in diesem Ringraum angeordnete Ausgangsstoff im Sinne einer verhältnismäßig dünnen Schicht angeordnet ist, die auch bei verhältnismäßig geringer Strahlungsintensität der zweiten Strahlungsquelle leistungsstark bestrahlt werden kann.

[0012] Des weiteren ist es im Rahmen der Erfindung möglich, den Aufnahmeraum als Durchflußleitung so lang auszubilden, daß der Ausgangsstoff in einem Durchgang hinreichend bestrahlt werden kann. Es ist im Rahmen der Erfindung aber auch möglich, das Durchflußrohr im Kreislauf auszubilden, so daß der Ausgangsstoff mehrmals durch den Aufnahme- bzw. Strahlungsraum geführt werden kann. In dem Fall, in dem die Durchflußleitung länger ist als die zweite Strahlungsquelle oder ein zugehöriger Bestrahlungsraum können mehrere erste und/oder zweite Strahlungsquellen bzw. zugehörige Bestrahlungsräume in Durchflußrichtung hintereinander angeordnet sein, so daß der Ausgangsstoff in einem Durchgang leistungsstark bestrahlt und vorzugsweise auch abschließend bestrahlt werden kann, so daß eine weitere Bestrahlung nicht erforderlich ist.

[0013] Weitere Merkmale der Erfindung beziehen sich auf eine vorteilhafte Anordnung und Halterung der zweiten Strahlungsquelle im Aufnahmebehälter.

[0014] Bei allen erfindungsgemäßen Ausgestaltungen eignet sich eine zweite Strahlungsquelle in Form eines stabförmigen Gasreaktionsrohrs, der zum einen in einen als Durchflußleitung ausgebildeten Bestrahlungsraum stabförmig und dabei vorzugsweise längs hineinragen kann oder in einen topfförmigen Bestrahlungsraum in etwa aufrechter Stellung angeordnet oder von oben stabförmig hineinragen kann. Hierbei läßt sich eine einfache und praktische Halterung verwirklichen, wobei eine kontinuierliche Durchföhrung oder eine jeweilige Beschickung des Aufnahmebehälters mit dem zu behandelnden Ausgangsstoff in einfacher Weise erfolgen kann.

[0015] Nachfolgend werden die Erfindung und weitere

durch sie erzielbare Vorteile anhand von vereinfachten Zeichnungen und bevorzugten Ausführungsbeispielen näher erläutert. Es zeigen

- Fig. 1 eine erfindungsgemäße Vorrichtung zum Auslösen und/oder Fördern chemischer Prozesse durch Bestrahlung eines Ausgangsstoffs mit elektromagnetischen Wellen in einem topfförmigen Aufnahmebehälter im vertikalen Schnitt;
- Fig. 2 eine erfindungsgemäße Vorrichtung zum Auslösen und/oder Fördern chemischer Prozesse durch Bestrahlen eines Ausgangsstoffs mit elektromagnetischen Wellen in Form einer Durchflußvorrichtung in einem sich längs der Durchflußrichtung erstreckenden Schnitt.

[0016] Die Hauptteile der ein Bestrahlungsgerät bildenden Vorrichtung 1 sind ein kastenförmiges Gehäuse 2 aus für Mikrowellen undurchlässigem Material, wie z.B. Metall- oder Stahlblech, das einen ersten Bestrahlungsraum 3 umschließt, der durch eine seitliche, z.B. eine frontseitige, Verschlußtür 4 zugänglich ist, eine erste Strahlungsquelle 5, insbesondere ein Mikrowellengenerator, deren erste Strahlung 5a im ersten Bestrahlungsraum 3 wirksam ist, ein oder mehrere, im ersten Bestrahlungsraum 3 angeordnete topfförmige Aufnahmebehälter 6 mit einem Aufnahmeraum 6a für einen flüssigen oder puderförmigen oder aus kleinen Teilen wie Körnern bestehenden, und zu bestrahlenden Ausgangsstoff 7, eine zweite Strahlungsquelle 8, die im Aufnahmeraum 6a angeordnet ist und eine allgemein mit 9 bezeichnete Steuereinrichtung zur Funktionssteuerung der Vorrichtung 1.

[0017] Die erste Strahlungsquelle 5 erzeugt vorzugsweise langwellige elektromagnetische Wellen wie Mikrowellen. Die zweite Strahlungsquelle 8 erzeugt vorzugsweise kurzwellige elektromagnetische Wellen. Es kann sich um eine Plasma-Lichtquelle handeln, die z.B. Infrarotlicht (IR-Licht) oder vorzugsweise ultraviolettes Licht (UV-Licht) erzeugt. Bei der zweiten Strahlungsquelle 8 kann es sich um eine selbständig funktionierende Strahlungsquelle handeln, deren Funktion von der Steuereinrichtung 9 gesteuert wird. Hierzu kann sie durch eine nicht dargestellte Steuerleitung mit der Steuereinrichtung 9 verbunden sein.

[0018] Bei der vorliegenden Ausgestaltung ist die zweite Strahlungsquelle 8 eine von der ersten Strahlungsquelle 5 abhängig funktionierende Strahlungsquelle. Vorzugsweise wird die zweite Strahlung 8a der zweiten Strahlungsquelle 8 durch die erste Strahlung 5a der ersten Strahlungsquelle 5 angeregt. Bei der vorliegenden Ausgestaltung ist die zweite Strahlungsquelle 8 durch einen Gasreaktionskörper 11 aus für die erste und die zweite Strahlung 5a, 8a durchlässigem Material, wie z.B. Kunststoff, Keramik, Glas oder Quarz, gebildet, und sie enthält bei Unterdruck ein Gas, das bei

Bestrahlung mit den elektromagnetischen Wellen der ersten Strahlung 5a angeregt wird zur Emission einer auf den Ausgangsstoff einwirkenden kurzwelligeren Strahlung, die Bindungsspaltungen und/oder Bindungsbildungen im Ausgangsstoff bewirkt. Zur Füllung des Gasreaktionskörpers 11 eignet sich ein Gas, das sich für eine Abgabe von IR-Licht oder sichtbarem Licht oder vorzugsweise UV-Licht eignet. Die Gasfüllung kann Edelgas mit oder ohne Quecksilberzusatz oder Stickstoff enthalten. Die horizontale Außenquerschnittsgröße des Gasreaktionskörpers 11 ist kleiner bemessen, als die Innenquerschnittsgröße des Aufnahmebehälters 6, so daß dazwischen ein Abstand bzw. Ringspalt besteht. Der Gasreaktionskörper 11 kann im und/oder oberhalb des Ausgangsstoffs 7 oder Aufnahmebehälters 6 angeordnet sein oder so angeordnet sein, daß er in den Ausgangsstoff 7 hineintaucht und mit einem Abschnitt, vorzugsweise mit etwa einer Hälfte, aus dem Ausgangsstoff 7 oder auch aus dem Aufnahmebehälter 6 nach oben herausragt.

[0019] Vorzugsweise ist der Gasreaktionskörper 11 ein stabförmiges Teil vorzugsweise runder Querschnittsform, das sich insbesondere gerade erstreckt, und dessen Querschnittsgröße a vorzugsweise kleiner ist als die halbe Innenquerschnittsabmessung b des Aufnahmebehälters 6 oder ein Abstand c zwischen der Innenwandung des Aufnahmebehälters 6 und eines darin vorzugsweise zentral angeordneten und noch zu beschreibenden Kühlkörpers. Diese Ausgestaltung ermöglicht es, zwei oder mehrere Gasreaktionskörper 11 vorzugsweise gleicher Ausgestaltung im Aufnahme-raum 6a anzuordnen, wenn dies zwecks Erreichung einer angestrebten Strahlungsleistung oder gleichmäßigen Bestrahlung gewünscht ist. Deshalb sind der Vorrichtung 1 vorzugsweise zwei oder mehrere Gasreaktionskörper 11 insbesondere gleicher Ausgestaltung zugeordnet. Bei der vorliegenden Ausgestaltung sind der oder die Gasreaktionskörper 11 durch hohlylindrische Rohre aus für Mikrowellen durchlässigem Material, z.B. Glas, Quarz, Kunststoff oder Keramik, gebildet, deren Enden vorzugsweise halbkreisförmig konvex gerundet sind und Unterdruck enthalten. Mit 13 ist ein Rohrstutzen an einem Ende des Rohres bezeichnet, bei dem es sich um einen Saugstutzen handelt, an dem zur Erzeugung des Unterdrucks im Gasreaktionskörper 11 bei dessen Herstellung gesaugt werden kann, wonach der Rohrstutzen 13 verschlossen wird, z.B. durch Schweißen bzw. Verschmelzen. Bei der vorliegenden Ausgestaltung ist die aufrechte Länge L des rohrförmigen Gasreaktionskörpers 11 kleiner bemessen als die zur Verfügung stehende Innenhöhe h im Aufnahmebehälter 6, so daß der Gasreaktionskörper 11 problemlos in den Aufnahmebehälter 6 paßt. Dies gilt insbesondere in den Aufnahmebehälter 6 paßt. Dies gilt insbesondere für einen durch einen lösbaren Deckel 14 geschlossenen Behälter 6. Bei einem offenen Aufnahmebehälter 6 kann der Gasreaktionskörper 11 nach oben aus dem Aufnahmebehälter 6 herausragen.

[0020] Zur Positionierung des Gasreaktionskörpers

11 im Aufnahmebehälter 6 ist es vorteilhaft, einen Halter 15 im Aufnahmebehälter 6 anzuordnen, auf dem der Gasreaktionskörper 11 gestellt ist oder vorzugsweise in seiner aufrechten Stellung formschlüssig gehalten ist.

[0021] Um im Aufnahmebehälter 6 unterschiedliche Ausgangsstoffe 7 zugleich bestrahlen zu können, ist es vorteilhaft, zwei oder mehrere topfförmige und andeutungsweise dargestellte Innenaufnahmebehälter 6b vorzusehen, die in den Aufnahmebehälter 6 nebeneinander einstellbar sind, z.B. in eine auf einem Teilkreis verteilte Position. Um dies zu ermöglichen, muß die horizontale Querschnittsgröße der vorzugsweise gleichen Innenbehälter kleiner sein, als die Hälfte der horizontalen Innenquerschnittsgröße b oder kleiner als c. Dabei ist es vorteilhaft, den Halter 15 so auszubilden, so daß der oder die Innenaufnahmebehälter 6b auf ihn aufstellbar sind und der Halter 15 den oder die Innenaufnahmebehälter 6b in einer aufrechten Position formschlüssig hält. Dabei ist es vorteilhaft, die horizontale Querschnittsgröße und -form des oder der Innenaufnahmebehälter 6b und des oder der Gasreaktionskörpers 11 gleich auszubilden, so daß ein Innenaufnahmebehälter 6b oder ein Gasreaktionskörper 11 auf einen zugehörigen Anordnungs- bzw. Standplatz paßt. Hierfür kann jeweils ein Steckloch 15a im Halter 15 vorgesehen sein. Dabei ist es z.B. möglich und vorteilhaft, Innenbehälter 6b und Gasreaktionskörper 11 abwechselnd auf einem Teilkreis anzuordnen.

[0022] Auch für den Aufnahmebehälter 6 ist vorzugsweise ein Halter 16 zum Halten im ersten Bestrahlungsraum 3 vorgesehen. Bei der vorliegenden Ausgestaltung ist der Aufnahmebehälter 6 in hängender Position angeordnet, wobei der Halter 16 mit dem Deckel 14 verbunden ist oder von letzterem gebildet ist und der Aufnahmebehälter 6 von unten mit dem Deckel 14 verbindbar ist, hier durch eine Schraubverbindung 17. Es ist auch vorteilhaft, den Deckel 14 an der Deckenwand 18 des Gehäuses 2 anzuordnen, so daß die Deckenwand 18 die Funktion des Halters 16 erfüllen kann und letzterer durch die durch die Deckenwand 18 gebildet ist. Bei der vorliegenden Ausgestaltung weist die Deckenwand 18 ein Loch 19 auf, in das der Deckel 14 mit einem verjüngten Verbindungsrohrstutzen 21 einfaßt, wobei der hohlylindrische Aufnahmebehälter 6 mit dem Verbindungsrohrstutzen 21 verbindbar ist, insbesondere durch ein Gewinde an beiden Teilen verschraubbar ist. Bei der vorliegenden Ausgestaltung weist der Verbindungsrohrstutzen 21 ein Außengewinde auf, auf das der Aufnahmebehälter 6 mit einem an seinem oberen Randbereich angeordneten Innengewinde aufschraubbar ist.

[0023] Der Aufnahmebehälter 6 besteht aus wenigstens für die erste Strahlung 5a durchlässigem Material, wie Kunststoff, Keramik, Glas oder Quarz, so daß die erste Strahlung 5a in den Innenbestrahlungsraum 22 im Aufnahmebehälter 6 gelangt. Bei einem für Behandlungen unter Überdruck und durch einen Deckel verschließbaren Aufnahmebehälter 6 ist es vorteilhaft, den

Boden des Aufnahmebehälters 6 außen oder außen und innen halbkreisförmig zu runden. Um eine einfache und kostengünstig herstellbare sowie korrosionsfeste Bauweise für den Aufnahmebehälter 6 zu gewährleisten ist dieser doppelwandig ausgebildet mit einem Innentopf 6.1 aus sehr korrosionsfestem Material, insbesondere aus Glas oder Kunststoff, wie z.B. PTFE, und einem Außen- oder Druckmantel 6.2. Der Innentopf 6.1 kann einen Flansch mit einer unterseitigen kegelförmigen Auflagefläche aufweisen, die auf einem entsprechend geformten Tragring 6.3 aufliegen kann, der auf einer Schulterfläche des Außen- oder Druckmantels 6.2 aufliegt.

[0024] Der Halter 15 kann im Sinne eines Hängekorbs ausgebildet sein, der durch wenigstens eine oder zwei bzw. drei einander gegenüberliegende Haltestangen 24 mit dem Deckel 14 verbunden sein kann. Hierdurch sind wenigstens ein bereits erwähnter Innenaufnahmebehälter 6b und wenigstens ein Gasreaktionskörper 11 im demontieren Zustand des Aufnahmebehälters 6 in hängender Position des Halters 15 handhabungsfreundlich von außen nach innen einstellbar und von innen nach außen entnehmbar. Wenigstens eine Haltestange 24 kann als Rohr ausgebildet sein, das im Bereich des Deckels 14 durch einen nach außen führenden Kanal 24a verbunden ist, der mit einer Vorrichtung (nicht dargestellt) zum Füllen oder Absaugen von fließfähigem Material, hier z. B. der Ausgangsstoff 7, verbunden sein kann.

[0025] Im unteren Bereich des Aufnahmebehälters 6 kann ein Rührer 25 angeordnet sein, der durch einen elektromagnetischen Antrieb um die vertikale Längsachse drehbar ist, der unter der Bodenwand 26 des Gehäuses 2 angeordnet sein kann, wie es an sich bekannt ist.

[0026] Bei der vorliegenden Ausgestaltung, bei der der Deckel 14 mit dem Gehäuse 2 verbunden ist, können die mit dem Gehäuse 2 verbundenen und auf dessen elektrischen Potential liegenden Teile aus Metall bestehen, z.B. das auf der Deckenwand 18 aufliegende Oberteil 27 des Deckels 14 oder ein damit verschraubter Ringflansch 27a. Der Halter 15 und die wenigstens eine Haltestange 24 bestehen vorzugsweise aus für die Bestrahlungen durchlässigem Material wie insbesondere Kunststoff. Dies gilt auch für alle anderen Teile des Aufnahmebehälters 6, wie z. B. den Innenaufnahmebehälter 6b, den Innentopf 6.1 und den Druckmantel 6.2, die im Funktionsbetrieb nicht erwärmen sollen.

[0027] Die Leistung der ersten Strahlenquelle 5 ist durch die Steuereinrichtung 9 vorzugsweise verringerbare und vergrößerbar. Für eine Bestrahlung des Ausgangsstoffs 7 ohne Erwärmung wird die Leistung in etwa nur so groß eingestellt, daß sie bzw. ein Großteil dieser ersten Strahlung 5a von der zweiten Bestrahlungsquelle 8 absorbiert wird und deshalb die erste Strahlung 5a den Ausgangsstoff 7, der strahlungsabsorbierend sein kann oder nicht, nicht oder nur in einem vernachlässigbaren Maß oder nur geringfügig zu erwär-

men vermag. Hierdurch können auch Ausgangsstoffe 7 behandelt werden, die warmempfindlich sind, oder bei denen die Behandlung etwa bei Normaltemperatur bzw. Raumtemperatur stattfinden soll. Bei Behandlungen des Ausgangsstoffs 7, bei denen eine Temperaturerhöhung stattfinden kann oder soll, wird die Leistung der ersten Strahlungsquelle 5 entsprechend erhöht, so daß der Ausgangsstoff 7 von beiden Strahlungsquellen 5, 8 bestrahlt wird und aufgrund der Bestrahlung durch die erste Strahlung 5a mehr als nur geringfügig, z.B. auch so stark erwärmt werden kann, daß sich im Aufnahmebehälter 6 ein wesentlicher Überdruck einstellt und eine Reaktion darin bei Überdruck und bei erhöhter Temperatur stattfinden kann.

[0028] In Fällen, in denen es erwünscht ist, die Temperatur im Ausgangsstoff 7 zu begrenzen oder zu kühlen, ist es vorteilhaft, eine Kühlvorrichtung für den Ausgangsstoff 7 vorzusehen, hier in Form eines bereits erwähnten Kühlfingers 28, der am Deckel 14 gehalten ist und sich nach unten über das Niveau 29 für den Ausgangsstoff 7 hinaus erstreckt und somit in den Ausgangsstoff 7 im Funktionsbetrieb eintaucht. Der Kühlfinger 28 ist im Bereich des Deckels 14 mit einer Zu- und Abführungsleitung 31, 32 verbunden, die Teile eines nicht dargestellten Kühlmittelkreislaufs sind, in dem eine Pumpe P oder dgl. angeschlossen ist. Als Kühlmittel kann ein Gas oder eine Flüssigkeit, z.B. Luft oder Wasser dienen.

[0029] Vorzugsweise ist ein Temperaturfühler 33 vorgesehen, mit dem die Temperatur im Ausgangsstoff 7 meßbar ist, und der durch eine Signalleitung 34 mit der Steuereinrichtung 9 verbunden ist. Vorzugsweise ist der Temperaturfühler im unteren Endbereich des Kühlfingers 28 angeordnet, wobei die Signalleitung 34 sich nach oben längs durch den Kühlfinger 28 erstreckt und außenseitig vom Deckel 14 aus der Deckelanordnung ausmünden kann. Vorzugsweise übertagt der Thermofühler 33 den Kühlfinger 28 nach unten. Wie bereits der Kühlfinger 28 ist auch der Thermofühler 33 vorzugsweise zentral im Aufnahmebehälter 6 angeordnet. Der Kühlfinger 28 oder der Thermofühler 33 kann in einem vorzugsweise zentralen Loch 35 im Halter 15 angeordnet sein oder sich mit einem Umfangeabstand durch das Loch 35 hindurch erstrecken.

[0030] Das Ausführungsbeispiel nach Fig. 2, bei dem gleiche oder vergleichbare Teile mit gleichen Bezugszeichen versehen sind, unterscheidet sich vom vorherbeschriebenen Ausführungsbeispiel dadurch, das der Aufnahmebehälter 6 bzw. der Innenbestrahlungsraum 22 durch ein sich vorzugsweise gerade erstreckendes Durchflußrohr 41 aus für wenigstens die erste Strahlung 5a durchlässigem Material wie z.B. Kunststoff, Glas, Quarz oder Keramik gebildet ist, das einen Aufnahme-raum 6a umschließt und den ersten Bestrahlungsraum 3 vorzugsweise etwa vertikal durchsetzt. Durch das Durchflußrohr 41 ist der flüssige oder rieselfähige Ausgangsstoff 7 durch eine Fördereinrichtung längs durch das Durchflußrohr 41 förderbar, vorzugsweise von

unten nach oben. Bei der vorliegenden Ausgestaltung ist das Durchflußrohr 41 stromauf des ersten Bestrahlungsraums 3 mit einer Zuführungsleitung 42 verbunden, die sich von einem Vorratsbehälter 43 zum unteren Endbereich des Durchflußrohrs 41 erstreckt und in der eine Pumpe 44 angeordnet ist.

[0031] Im Durchflußrohr 41 ist vorzugsweise in zentraler Position der vorzugsweise stangenförmige Gasreaktionskörper 11 angeordnet, wobei er an seinem unteren Ende oder an seinem oberen Ende gehalten sein kann. Bei der vorliegenden Ausgestaltung weisen das Durchflußrohr 41 und der Gasreaktionskörper 11 eine runde Querschnittsform auf, wobei der dazwischen befindliche Abstand d bzw. Ringraum unterschiedlich bemessen und vorzugsweise mit einer kleinen Abmessung von z.B. weniger als etwa ein bis drei mm bemessen werden kann. In einem solchen Fall liegt der zu bestrahlende Ausgangsstoff 7 im Bereich der zweiten Strahlenquelle 8 in Form eines Films bzw. einer dünnen Schicht vor, der bzw. die die zweite Strahlungsquelle 8 umgibt, wobei letztere im direkten Kontakt mit dem Ausgangsstoff 7 steht. Hierdurch ist sowohl beim Vorhandensein eines verhältnismäßig großen Abstands d als auch vorzugsweise kleinen Abstands d eine leistungsfähige Bestrahlung des Ausgangsstoffs 7 mit der zweiten Strahlung 8a und gegebenenfalls auch mit der ersten Strahlung 5a möglich. Die Länge der Bestrahlungszone e kann durch eine entsprechende Abmessung des ersten Bestrahlungsraums 3 bestimmt werden, oder es können auch mehrere erste Strahlungsräume 3 nacheinander angeordnet sein, so daß der Ausgangsstoff 7 in einem Durchgang hinreichend bestrahlt werden kann. Wie die Fig. 2 auch zeigt, können das Durchflußrohr 41 und die zweite Strahlungsquelle 8 länger bemessen sein als der Bestrahlungsraum 3, siehe Länge e1.

[0032] Es ist im Rahmen der Erfindung auch möglich, eine Abführungsleitung 45 mit der Zuführungsleitung 42 oder mit dem Vorratsbehälter 43 zu verbinden, so daß ein Teil des Ausgangsstoffs 7 oder dieser insgesamt im Kreislauf gefördert und mehrmals bestrahlt werden kann. Dies ist durch eine andeutungsweise dargestellte Rückführungsleitung 45a verdeutlicht, die von einem Schalt- oder Mengen-Steuerventilteil V in der Abführungsleitung 45 ausgeht.

[0033] Bei der vorliegenden Ausgestaltung ist das Durchflußrohr 41 zu beiden Seiten des Gehäuses 2 des ersten Bestrahlungsraums 3 mit Halteteilen 46 und 47 verbunden, an die Zuführungs- und Abführungsleitungen 42,45 angeschlossen sind. Einer dieser Anschlüsse, hier der Abführungsanschluß ist seitlich angeordnet. Der vorzugsweise gerade und zylindrisch ausgebildete stangenförmige Gasreaktionskörper 11 ist vorzugsweise im oberen Halteteil 46 gehalten, insbesondere mittels einer Steckverbindung. Zur Einstellung eines konstanten oder zur Vergrößerung oder zur Verkleinerung des Druckes im Bereich des Durchflußrohrs 41 ist ein Druckeinstellventil 48 hinter dem

Bestrahlungsraum 22, vorzugsweise in der Abführungsleitung 45 angeordnet. Hierbei kann es sich um ein Proportionalventil handeln, das einen konstanten Druck im Bestrahlungsraum 22 einstellt. Es eignet sich auch ein Druckbegrenzungsventil.

[0034] Zur Anzeige des vorhandenen Druckes kann ein Drucksensor 49 vorgesehen sein, der bei der vorliegenden Ausgestaltung im Bereich des Halteteils 47 angeordnet ist, insbesondere zwischen der Pumpe 44 und dem Durchflußrohr 41.

[0035] Es ist auch ein Temperatursensor 50 vorhanden, mit dem die Temperatur im Ausgangsstoff im Bestrahlungsraum 3 oder 22 ermittelt werden kann. Bei der vorliegenden Ausgestaltung ist der Temperatursensor 50 im Ringspalt zwischen dem Gasreaktionskörper 11 und dem Durchflußrohr 41 angeordnet und durch eine sich nach oben erstreckende Signalleitung 51 mit der Steuereinrichtung 9 verbunden. Es ist auch eine Kühlvorrichtung 52 für den bestrahlenden Ausgangsstoff 7 vorgesehen, die vorzugsweise in Durchgangsrichtung nach dem ersten Bestrahlungsraum 3 angeordnet ist, insbesondere auch hinter dem Temperatursensor 50. Die Kühlvorrichtung 52 ist durch ein hohlzylindrisches Mantelstück 53 gebildet, dessen Hohlraum mit einer Zuführungsleitung 54 und einer Abführungsleitung 55 für ein Kühlmittel, z.B. Wasser, verbunden oder verbindbar ist und das Durchflußrohr 41 unmittelbar umgibt.

[0036] Für einen Bestrahlungsvorgang werden die Pumpe 44 und die erste Strahlenquelle 5 und somit auch die zweite Strahlungsquelle 8 eingeschaltet, wobei vorzugsweise eine Pumpe 44 mit wahlweise veränderbarer oder vergrößerbarer Fördermenge verwendet wird, so daß auch oder nur hierdurch durch eine Einstellung der Fördermenge der Pumpe 44 die Strömungsgeschwindigkeit des flüssigen oder rieselfähigen gegebenenfalls auch gasförmigen Ausgangsstoff 7 im Durchflußrohr 41 und somit auch die Bestrahlungszeit bestimmt werden können. Sofern im Ausgangsstoff im Bereich des Bestrahlungsraums 3 ein Überdruck herrschen soll, wird das vorzugsweise einstellbare Druckventil eingeschaltet, das die Größe einer Drossel 48a einstellt, die den Druck im Ausgangsstoff 7 stromauf der Drossel 48a und auch die Strömungsgeschwindigkeit bestimmt.

[0037] Der Ausgangsstoff 7 kann im bereits beim ersten Ausführungsbeispiel beschriebenen Sinne je nach der Einstellung der Leistung der ersten Strahlungsquelle 5 nur mit der zweiten Strahlung 8a oder auch mit der ersten Strahlung 5a bestrahlt werden. Dem Ausgangsstoff 7 bzw. Reaktionsgemisch kann eine Heizvorrichtung 56 zur Vorheizung zugeordnet sein, die vorzugsweise stromauf der Pumpe 44 angeordnet ist. Hierbei kann es sich um eine Heizvorrichtung 56 handeln, die in einen d n Vorratsbehälter 43 tragenden Sockel integriert ist.

11

EP 0 916 398 A1

12

Patentansprüche

1. Vorrichtung zum Auslösen und/oder Fördern chemischer Prozesse durch Bestrahlung eines Ausgangsstoffs (7) mit elektromagnetischen Wellen, mit

- wenigstens einem von einer Wandung umgebenen Aufnahmeraum (6a) für den Ausgangsstoff (7),
- einer ersten Strahlungsquelle (5), die den Aufnahmeraum (6) mit einer vorzugsweise langwellige elektromagnetische Wellen aufweisenden ersten Strahlung (5a) bestrahlt,
- einer zweiten Strahlungsquelle (8), die den Aufnahmeraum (6a) mit einer kurzwelligen elektromagnetischen Wellen enthaltenden zweiten Strahlung (8a) bestrahlt,
- und einer elektrischen Steuereinrichtung zum Steuern der Vorrichtung (1),
dadurch gekennzeichnet,
daß die zweite Strahlungsquelle (8) im Aufnahmeraum (6a) angeordnet ist.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die zweite Strahlungsquelle (8) teilweise oder vollständig im Aufnahmeraum (6a) oder im Ausgangsstoff (7) angeordnet ist.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die zweite Strahlungsquelle (8) einen kompakten oder stabförmigen Strahlungshohlkörper (10) vorzugsweise runder Querschnittsform aufweist.

4. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die zweite Strahlungsquelle (8) ein Gasreaktionshohlkörper (11) ist, der mit einem Gas bei Unterdruck gefüllt ist, das bei Bestrahlung mit den elektromagnetischen Wellen entsprechender Energie der ersten Strahlungsquelle (5) angeregt wird zur Emission einer auf den Ausgangsstoff (7) einwirkenden kurzwelligeren Strahlung (8a), die Bindungsspaltungen und/oder Bindungsbildungen im Ausgangsstoff bewirkt.

5. Vorrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Gasreaktionshohlkörper (11) mit einem zur Emission von UR-Licht, sichtbarem Licht oder vorzugsweise UV-Licht geeignetem Gas gefüllt ist.

6. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die horizontale Querschnittsabmessung (a) der

zweiten Strahlungsquelle (8) kleiner ist als die halbe horizontale Querschnittsabmessung (b) des Aufnahmeraums (6a).

7. Vorrichtung nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Aufnahmeraum (6a) in einem topfförmigen Aufnahmebehälter (6) aus für die erste Strahlung (5a) und vorzugsweise auch für die zweite Strahlung (8a) durchlässigem Material angeordnet ist.

8. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Aufnahmebehälter (6) durch eine Verschlussvorrichtung mit einem Deckel (14) lösbar verschließbar ist.

9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Deckel (14) an der Deckenwand (16) eines ersten Bestrahlungsraum (3) begrenzenden Gehäuses (2) angeordnet ist.

10. Vorrichtung nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Aufnahmebehälter (6) und der Deckel (14) durch eine Schraubverbindung miteinander verbindbar sind.

11. Vorrichtung nach einem der vorherigen Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet,

- daß der Aufnahmeraum (6a) durch ein Durchflußrohr (41) für den Ausgangsstoff (7) gebildet ist, das mit einer Zuführungsleitung (31) und einer Abführungsleitung (32) für den Ausgangsstoff (7) verbunden ist, wobei eine Fördervorrichtung, insbesondere eine Pumpe (44) zum Fördern des Ausgangsstoffs (7) in den Leitungen (31, 32, 41) vorgesehen ist.

12. Vorrichtung nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß die auf dem Umfang vorzugsweise gleiche Abmessung des die zweite Strahlungsquelle (8) umgebenden Ringraumes kleiner ist als etwa 5 mm, insbesondere kleiner als 2 bis 3 mm, vorzugsweise kleiner ist als etwa 1 mm ist.

13. Vorrichtung nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Zuführungsleitung (31) und die Abführungsleitung (32) durch eine Rückführungsleitung (45a) für einen teilweisen oder vollständigen Rückfluß des bestrahlten Ausgangsstoffs (7) miteinander verbunden sind.

14. Vorrichtung nach einem der vorherigen Ansprüche,

13

EP 0 916 398 A1

14

dadurch gekennzeichnet,
daß eine Kühlvorrichtung (28; 52) zum Kühlen des
Ausgangsstoffs (7) im Bereich der ersten Strahlung
(5a) oder stromab davon vorgesehen ist.

15. Vorrichtung nach einem der vorherigen Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet,
daß ein Temperatursensor (33; 49) vorgesehen ist,
zum Messen der Temperatur im Ausgangsstoff (7)
im Bereich des Aufnahmeraums (6a) oder stromab
davon.

15

20

25

30

35

40

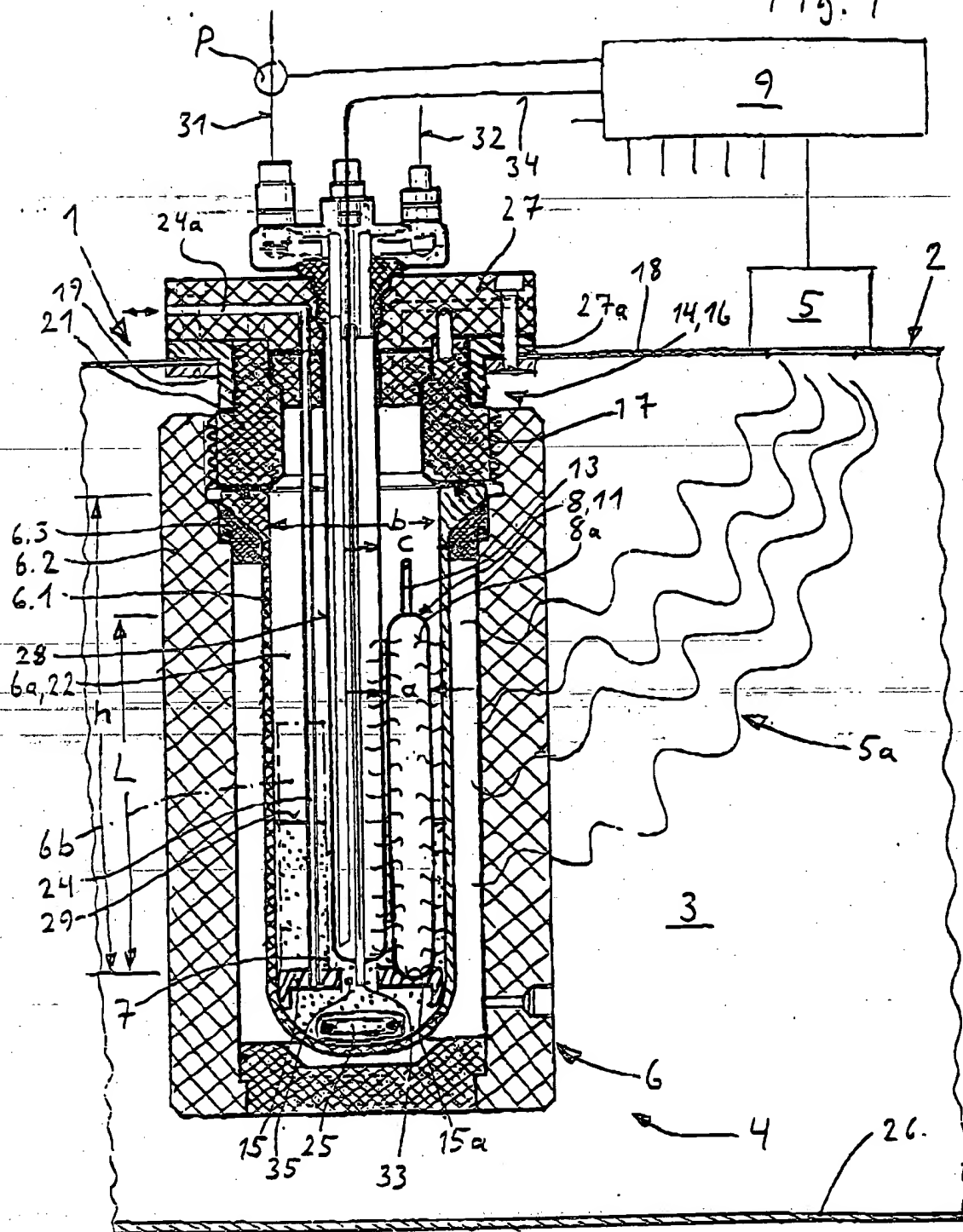
45

50

55

EP 0 916 398 A1

Fig. 1



EP 0 916 398 A1

Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 98 12 0867

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.6)
X	FR 2 674 526 A (FRANCE TELECOM) 2. Oktober 1992 * Seite 7, Zeile 4--Seite 11, Zeile 6 * * Abbildungen 1-3 *	1-5, 11	B01J19/12 G01N1/44
X	US 4 718 974 A (MINAEE BEHROOZ) 12. Januar 1988 * das ganze Dokument *	1-5	
D, A	EP 0 429 814 A (MLS GMBH) 5. Juni 1991 * Spalte 4, Zeile 56 - Spalte 7, Zeile 53 * Abbildungen 1-4 *	1-5, 8	
A	DE 39 13 519 A (AEG KABEL) 31. Oktober 1990 * das ganze Dokument *	1-5, 11, 15	
P, A	WO 98 37962 A (JOHNE STEFFEN; MEYER ANDREAS (DE); BIRUS DIETRICH (DE); HERRMANN H) 3. September 1998 * Seite 6, Zeile 9 - Seite 7, Zeile 24 * * Ansprüche 1-10; Abbildungen 1-7 *	1-5, 7, 11	
A	PATENT-ABSTRACTS OF JAPAN vol. 010, no. 383 (C-393), 23. Dezember 1986 & JP 61 174942 A (TOSHIBA CORP), 6. August 1986 * Zusammenfassung *	1	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.6) B01J G01N H05B
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 29. Dezember 1998	Früher Vlassis, M
KATEGORIE DER GENANTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument			

EPO FORM 130103.02 (9/90/01)

EP 0 916 398 A1

ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.

EP 98 12 0867

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patendokumente angegeben.
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Daten des Europäischen Patentamts am
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

29-12-1998

Im Recherchenbericht angeführtes Patendokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
FR 2674526	A	02-10-1992	KEINE	
US 4718974	A	12-01-1988	KEINE	
EP 0429814	A	05-06-1991	DE 3933992 A	18-04-1991
			AT 120984 T	15-04-1995
			DE 59008892 D	18-05-1995
DE 3913519	A	31-10-1990	KEINE	
WO 9837962	A	03-09-1998	DE 19744940 A	03-09-1998

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang: siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82

EP 0 910 295 A1

Fig. 1

